



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2023 00230

(22) Data de depozit: 11/05/2023

(41) Data publicării cererii:
29/11/2024 BOPI nr. 11/2024

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• ATICA CHEMICALS S.R.L.,
STR. CĂZĂNEȘTI NR.202,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(72) Inventatori:
• VASILIEVICI GABRIEL, STR.AZURULUI,
NR.3, BL.114A, SC.C, ET.8, AP.158,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• MÎRȚ ANDREEA LUIZA,
STR. FRATERNITĂȚII, NR.5,
SAT PILDEȘTI, COMUNA CORDUN, NT,
RO;

• GHIMIȘ SIMONA-BIANCA,
BD.TIMIȘOARA, NR.49, BL.CC6, SC.B,
ET.10, AP.77, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;
• VLAICU ALEXANDRU,
ALEEA TORNADAI, NR.38, ET.1, AP.9,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• ZAHARIA EMILIAN,
STR.GENERAL MAGHERU NR.11, BL.G,
SC.E, AP.9, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• BOMBOȘ MARIANA MIHAELA,
CALEA CRÂNGAȘI, NR.9, BL.5, ET.5, SC.1,
AP.30, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• BOMBOȘ DANIEL, CALEA CRÂNGAȘI,
NR.9, BL.5, AP.30, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **MATERIAL TERMOIZOLANT PENTRU CLĂDIRI, PE BAZĂ
DE LÂNĂ DE OAIIE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE
A ACESTUIA**

(57) Rezumat:

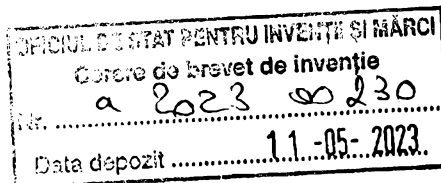
Invenția se referă la un material termoizolant pe bază de lână de oaie cu aplicabilitate în construcțiile civile și industriale și la un procedeu de obținere a acestuia. Materialul termoizolant conform invenției este constituit din 40...90% procente masice lână de oaie, 2...80% procente masice pulbere de dolomită/tuf vulcanic și 0,01...2,5% procente masice microparticule de Cu sau săruri solubile de Cu având dimensiunea particulelor < 25 μm, 1...20% procente masice de adeziv precum poliacetatul de vinil sau poliacrilați de etil/butil carboximetilceluloză. Procedeu de obținere conform invenției constă în spălarea lânii brute de oaie cu solvenți precum etanolul, fracția hexanică, heptan, acetona, acetat de etil sau compuși clorurați, la un raport masic lână: solvent de 1: 1...15, cu menținerea amestecului la

temperatură ambiantă sub agitare timp de 30...45 min. la o turație cuprinsă între 100...300 rot/min., urmată de inifugare prin amestecarea cu o dispersie apoasă care conține 2...80% pulberi de dolomită/tuf vulcanic și 0,01...2,5% microparticule de Cu sau săruri solubile de Cu, în prezența unui adeziv precum acetatul de vinil sau poliacrilați de etil/butil, apoi lâna impregnată cu dispersia apoasă este introdusă într-o matrită unde este presată și menținută 24 ore la temperatura camerei pentru îndepărtarea apei și din nou menținută timp de 2 ore în curent de aer încălzit la 85°C, iar în final materialul termoizolant se extrage din matrită.

Revendicări: 5

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).





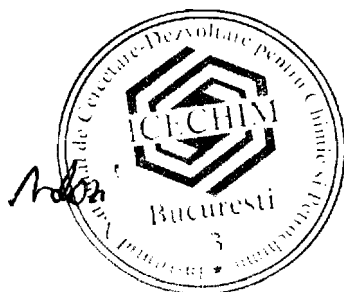
Material termoizolant pentru clădiri pe bază de lână de oaie și procedeu de obținere a acestuia

Invenția se referă la un material termoizolant pe bază de lână de oaie și procedeu de obținere a acestuia cu aplicabilitate în construcțiile civile și industriale.

Consumul energetic al unei clădiri și implicit performanța termică a pereților exteriori sunt puternic dependente de caracteristicile materialelor utilizate pentru izolarea termică. Astfel izolarea termică este cea mai bună modalitate de reducere a consumului de energie atât iarna pentru încălzirea clădirilor cât și vara pentru răcirea acestora. Alegerea variantei de anvelopare a clădirii trebuie să țină seama de proprietățile termice ale materialelor de izolare, de rezistența la foc, permeabilitatea la vapori de apă, de izolarea fonică și de impactul asupra mediului și asupra sănătății umane.

Materialele termoizolante pentru locuințe au constituit obiectul multor brevete de invenție publicate în ultimii douăzeci de ani. Astfel în brevetul **US 7211318 B** se prezintă o compoziție ignifugă pentru pereți și o metodă de producere a acesteia. Compoziția ignifugă conține 1 până la 80% în greutate fibre organice precum hârtie mărunțită, tărâțe de orez, fibre vegetale, sau anorganice precum vata minerală, 1 până la 80% în greutate cenușă zburătoare sau cenușă de fund, 1 până la 80% în greutate agent ignifug, 1 până la 30% în greutate rășină ignifugă întărită precum rășină fenolică, rășină poliesterică sau melaminică, și 1 până la 40 % în greutate de umplutură goală incombustibilă.

În brevetul **US 9669564** se prezintă un procedeu pentru tratarea produselor din lemn cuprinzând prepararea unui impregnat ignifug apos și aplicarea acestuia pe suprafața produsului din lemn. Procedeu conferă proprietăți ignifuge produselor din lemn suficiente pentru a trece testul de ardere conform ASTM E-84. Impregnantul ignifug este liber de fosfați, amoniac și săruri ale acestora, și conține un compus pe bază de azot selectat din grupul constând din diciandiamidă, uree, fosfat de guaniluree, fosfat de melamină, melamină, un fosfat de amoniu, o cianamidă, un fosfat de diamoniu, polifosfat de amoniu, monoetanolamină, dietanolamină, trietanolamină și hexametilentetramină și un compus selectat din grupul care conține bor precum acid boric, acid tetraboric, acid metaboric și



săruri ale unui compus care conține bor precum borat de amoniu, octaborat de sodiu, pentaborat de sodiu și tetraborat de sodiu și hidrați ai acestora.

În cererea de brevet **US 20090326133** se propune un procedeu pentru obținerea unui sistem ignifug care conține o argilă tubulară cu rezistență îmbunătățită la foc și la flacără pentru compozite polimerice. Halloysite este un exemplu de astfel de argilă și poate fi folosit fie singur, fie în combinație cu alte substanțe chimice. Argilele tubulare sunt avantajate față de argilele obișnuite prin aceea că nu necesită cantități mari de compatibilizatori organici, care pot degrada proprietățile compozitului și pot fi utilizate ca atare sau sinergic cu alți agenți ignifugători, în special cu substanțe ignifuge organice.

În brevetul **US 8871053** se propune un procedeu pentru prepararea unor benzi de pastă de puf rezistente la foc, precum și pentru tratarea straturilor fibroase exterioare cuprinzând un amestec de fibre de pulpă de puf rezistente la foc și fibre bicomponente care sunt utilizate în structuri fibroase rezistente la foc precum izolațiile. Componenta ignifugă conține dispersanți ignifugi precum agenți tensioactivi și amine organice. Cererea de brevet **US 20130153810** propune un material termoizolant din fibre celulozice parțial rezistent la foc obținut dintr-o pânză fibroasă de lemn de esență moale nerafinat și lemn de esență tare și o componentă ignifugă de cenușă de lemn într-o proporție de cel puțin aproximativ 1,5% în greutate suficientă pentru a conferi rezistență la foc cel puțin parțială rețelei fibroase (măsurată prin testul ASTM E970-08A). De asemenea, este propus un procedeu pentru prepararea acestui material termoizolant cel puțin parțial rezistent la foc.

În cererea de brevet **US 20130274347** se propune o pulbere ignifugă, fungică și antiparazitică liberă de săruri de bor și/sau acid boric care conține cel puțin 30% în greutate acid Lewis precum mono-amoniu fosfat, cel puțin 5% în greutate bicarbonat alcalin și cel puțin 3% în greutate silice și o metoda de fabricare a unei astfel de pulberi ignifuge și un material de construcție care conține de preferință fibre naturale și care conține cel puțin 5% în greutate și cel mult 30% dintr-o astfel de pulbere. Cererea de brevet **US 20140248481** propune o țesătură compozită utilizată ca barieră de flacără, realizată dintr-o multitudine de straturi respirabile îmbinate, incluzând cel puțin un strat textil și un strat impermeabil îmbinate incluzând un strat textil tricotat realizat din fibre celulozice de origine naturală regenerabilă, incluzând cel puțin 50% din fibre celulozice ignifuge. Stratul impermeabil include un material plastic fără halogen, ales dintre



poliuretan sau poliester, care încorporează un aditiv ignifug. Aditivul inhibitor de flacără nu este halogen și este selectat dintre caolin, carbonat de calciu, hidroxid de aluminiu sau un pigment organic pe bază de fosfor, iar stratul impermeabil cuprinde un material plastic fără halogen selectat dintre poliuretan sau poliester care încorporează un aditiv cunoscut inhibitor de flacără selectat dintre compușii organofosforici cum ar fi tris-(2,3-dibromopropil) fosfat, trifenil fosfat (TPP), resorcinol bis (difenilfosfat) (RDP) și bisfenol A difenil fosfat (BADP) și trio-o-cresil fosfat, fosfonați inclusiv dimetil metil fosfonat (DMMP). Cererea de brevet **US 20140248481** propune un compus ignifug, care nu necesită utilizarea a nici unui alt element de barieră împotriva flăcării, cum ar fi fibra de sticlă sau fibre de rayon încărcat cu silice. Compusul ignifug este selectat din grupul constând din hidroxid de aluminiu, hidroxid de magneziu, acid fosforic, diciandiamidă, cianoguanidină, hidromagnezit, fosfat de amoniu, fosfat de diamoniu, polifosfat de amoniu, trioxid de antimoniu, hidroxistanat de zinc, stanat de zinc, un hidrat de metal, un oxid de metal, bromat de amoniu, fosfat acid de diguanidină, trihidrat de aluminiu, carbonat de calciu, gips, un compus organohalogen și un compus organofosforic.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție este aceea că se obține un **material termoizolant pe bază de lână de oaie** condiționată și aditivată cu agenți ignifuganți și bactericizi, destinat obținerii panourilor termoizolante **pentru locuințe, având avantajul** că toți componenții organici sunt biodegradabili. Materialul termoizolant pe bază de lână de oaie este constituit din 40...90% lână de oaie, 2...80% pulberi de dolomită / tuf vulcanic și de 0,01...2,5% microparticule de Cu sau săruri solubile de Cu având dimensiunea particulelor mai mică de 25μm, 1-20% adeziv precum poliacetatul de vinil, sau poliacrilați de etil/butil sau carboximetilceluloză. Procedul de obținere a materialului termoizolant pe bază de lână de oaie constă în spălarea lânii brute de oaie cu solvenți selectivi precum etanolul, fracția hexanică, heptan, acetonă, acetat de etil sau compuși clorurați, la un raport masic lână:solvent de 1:1...15, amestecul se menține la temperatura ambiantă sub agitare timp de 30...45 minute la turația de 100... 300 rot/min. Fibrele de lână sunt separate de fracția de solvent ce conține impuritățile și lanolina prin presare sau centrifugare. Solventul este recuperat apoi prin distilare pentru reutilizare. Solventul rezidual se îndepărtează la o etuvă cu circulație de aer timp de 10h la 80°C rezultând o fracție solidă de lanolină cu impurități de 21% masic raportat la lâna inițială.

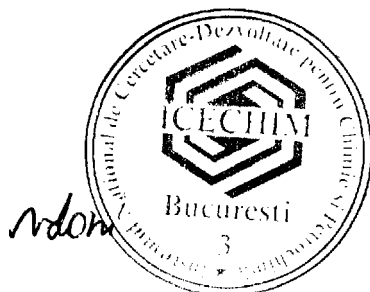


Tratarea lânii fără lanolină în vederea îmbunătățirii caracteristicilor ignifuge și bactericide se realizează prin amestecarea acestora cu o dispersie apoasă ce conține 2-80% pulberi de dolomită / tuf vulcanic și 0,01...2,5% microparticule de cupru sau săruri solubile de cupru, în prezența unui adeziv precum poliacetatul de vinil, poliacriilați de etil/butil. După impregnarea lânii cu dispersia apoasă este introdusă și presată într-o matriță. Matrițele cu lână impregnată sunt menținute 24 ore pentru îndepărtarea apei la temperatura camerei, apoi timp de 2 ore în curent de aer cald la 85°C. După această etapă este extras din matriță materialul termoizolant.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele menționate anterior prin aceea că:

- înlocuiește materialele termoizolante anorganice care prezintă pericol pentru om și mediul înconjurător, cu un material organic cu proprietăți natural ignifuge cu o conductivitate termică scăzută;
- utilizează un material termoizolant care prezintă concomitent potențial ridicat de biodegradare și durată de utilizare cât mai îndelungată;
- utilizează un material termoizolant obținut din materii prime regenerabile care nu interferează cu lanțul alimentar;
- îmbunătățirea proprietăților ignifuge se realizează prin aditivare cu pulberi anorganice naturale precum dolomita și tuful vulcanic;
- îmbunătățirea proprietăților bactericide se realizează prin aditivare cu pulberi metalice pe bază de Cu sau săruri de Cu solubile în apă.

În prezent în majoritatea cazurilor termoizolarea nu este realizată cu materiale ecologice, utilizându-se pe scară largă materiale precum polistiren. Utilizarea resurselor agricole pentru materiale biodegradabile termoizolante contribuie la creșterea prețului produselor agricole alimentare și poate accentua crizele alimentare. Realizarea unor materiale termoizolante care să prezinte concomitent potențial ridicat de biodegradare și durată de utilizare cât mai îndelungată, și care să fie obținute din materii prime regenerabile care nu interferează cu lanțul alimentar prezintă deci relevanță practică. Criza energetică actuală impune găsirea de noi materiale pentru termoizolarea locuințelor, pentru reducerea costurilor de încălzire/răcire și a impactului asupra mediului înconjurător. Astfel directivele europene recomandă o mai mare eficiență energetică și

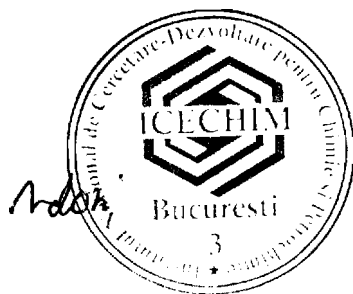


utilizarea energiilor regenerabile în clădiri. Aceste Directive urmăresc reducerea emisiilor de gaze cu efect de seră și realizarea unui sistem energetic cu o amprentă redusă de carbon. Lâna de oaie reprezintă o soluție viabilă pentru termoizolare, fiind un produs natural, regenerabil, cu proprietăți natural ignifuge. Majoritatea tehnologiilor existente pe plan internațional, pentru formarea panourilor izolante de lâna au fost dezvoltate pornind de la lâna semi-fină / fină. Se știe că rasa de oi țurcană cu o pondere națională foarte ridicată în șeptelul ovin, rasă de lapte și carne, perfect adaptată condițiilor locale, foarte profitabilă, prezintă o producție scăzută de lâna, care este grosieră și cu un conținut scăzut de lanolină. O altă problemă intrinsecă utilizării unui biomaterial în construcții ca izolant, este asigurarea echilibrului necesar între riscul de biodeteriorare și avantajul biodegradabilității, cu păstrarea caracterului eco-inovativ.

Procedeul de obținere a materialului termoizolant pe bază de lâna are ca scop rezolvarea acestor probleme care limitează utilizarea lânii ca material izolator în construcții. De asemenea tehnologia va avea în vedere și reducerea poluării generate de procesele de condiționare / spălare (înlăturare impurități, degresare). Fibrele de lâna conțin lipide (lanolină), care blochează parțial aplicarea proceselor de condiționare în vederea utilizării ca material termoizolant. Lanolina va fi îndepărtată prin procesele de extracție cu solvenți selectivi precum etanolul, fracția hexanică, heptan, acetonă, acetat de etil sau compuși clorurați. Extracția va fi realizată la temperatura ambiantă în regim dinamic. Recuperarea solventului se va face prin distilare iar lanolina separată va fi valorificată ca atare în industria asfaltului. Tratarea lânii libere de lanolină în vederea îmbunătățirii caracteristicilor ignifuge și bactericide se realizează prin contactarea acestora cu pulberile de dolomită / tuf vulcanic și de microparticule de Cu sau săruri solubile de Cu, în prezența unui adeziv precum poliacetatul de vinil, poliacrilați de etil/butil, în regim dinamic. Caracterizarea materialului termoizolant pe bază de lâna de oaie s-a realizat prin determinarea conductivității termice și a caracteristicilor bactericide ale acestuia.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- propune materii prime ecologice provenite din surse bioregenerabile sau naturale;

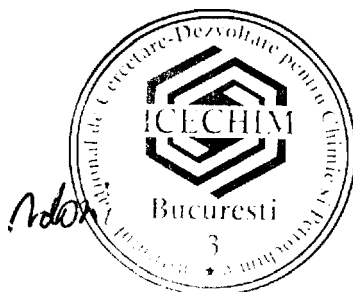


- valorifică lâna de oaie brută a cărei condiționare este ieftină, fără a fi necesară purificarea acesteia;
- folosește lâna de oaie care este în mod natural ignifugă, nu se aprinde ușor, arde cu o flacără care se autostinge și formează un reziduu moale de cenușă care se disipează;
- folosește ignifuganți naturali în formă pulverulentă care nu poluează mediul precum dolomita, care datorită conținutului în Mg prezintă o greutate specifică mai mică decât calcarul și / sau tufuri vulcanice cu proprietăți de sită moleculară care îmbogățește aerul prin absorbția gazelor nocive din încăperi.
- folosește bactericizi anorganici pe bază de Cu care nu prezintă toxicitate asupra omului spre deosebire de cei organici.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției:

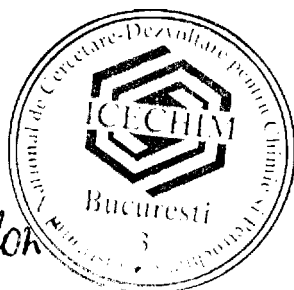
Într-un balon de 1000 mL prevăzut cu agitator tip ancoră se introduc 60g lâna brută de oaie și 600 g solvent (cloroform). Amestecul se menține la temperatura ambiantă sub agitare timp de 30 min la turația de 150 rot/min. Fibrele de lâna degresate sunt separate prin presare de fracția de solvent. Solventul utilizat este recuperat prin distilare. După îndepărtarea solventului rezidual la o etuvă cu circulație de aer timp de 10h la 80°C se obțin 10,2 g fracție solidă de lanolină cu impurități.

Componenta cu proprietăți bactericide, respectiv Cu fin divizat se obține prin reducerea unei sări de Cu solubile în apă, respectiv azotat de cupru, în prezența unui surfactant de tip tribloc copolimer alcătuit din polietilenoxid (PEO) și polipropilenoxid (PPO). Se dizolvă 3g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ în 100 mL apă distilată, se adaugă 0,6g surfactant și se introduc într-un balon de 250 mL prevăzut cu agitare și încălzire. Se adaugă treptat peste soluția de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, sub agitare la turația de 300 rot/min, la temperatura de 60°C, timp de 30 min, 30 mL soluție apoasă de acid ascorbic 20%. Dispersia este menținută la temperatura de 60°C sub agitare timp de 2h. Se obțin particule cu distribuție largă de dimensiuni în domeniul 100...680 nm, ce formează agregate.



Într-un vas cilindric de 500 mL prevăzut cu capac etanș se introduc 60g fibre de lână degresate. Se prepară o dispersie apoasă sub agitare ce conține 3g poliacetat de vinil, 0,24g microparticule de cupru și 6g dolomită. Dispersia se aplică prin pulverizare pe lâna degresată. După impregnarea lânii cu dispersia apoasă, aceasta este introdusă și presată într-o matriță de formă paralelipipedică 160x160x25 mm. Matrița cu lână impregnată este menținută 24 ore pentru îndepărtarea apei la temperatura camerei, apoi timp de 2 ore într-o etuvă cu circulație de aer la 85°C. După această etapă este extras din matriță materialul termoizolant.

Material termoizolant obținut a fost caracterizat prin determinarea conductivității termice, metoda Lee cu o placă încălzită, conform *Int. j. sci. res. innov.*, ISSN 2351-8014 Vol. 9 No. 2 Sep. 2014, pp. 335-343. Valoarea conductivității termice determinată pentru materialul termoizolant din lână de oaie a fost $\lambda=0,041 \text{ W/m}\cdot\text{K}$.



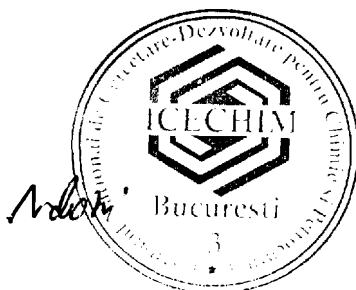
Adon



**Material termoizolant pentru clădiri pe bază de lână de oaie și procedeu de
obținere a acestuia**

REVENDICĂRI

1. Material termoizolant pentru clădiri pe bază de lână de oaie, caracterizat prin aceea că este constituit din 40...90% lână de oaie, 2...80% pulberi de dolomită / tuf vulcanic și de 0,01...2,5% microparticule de Cu sau săruri solubile de Cu având dimensiunea particulelor mai mică de 25μm, 1-20% adeziv precum poliacetatul de vinil, sau poliacrilați de etil/butil sau carboximetilceluloză.
2. Procedeu de obținere a unui material termoizolant pentru clădiri, pe bază de lână de oaie, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, constă în: spălarea lânii brute de oaie cu solvenți selectivi precum etanolul, fracția hexanică, heptan, acetonă, acetat de etil sau compuși clorurați, la un raport masic lână:solvent de 1:1...15, amestecul se menține la temperatura ambiantă sub agitare timp de 30...45 minute la turația de 100... 300 rot/min, urmată de ignifugare prin amestecarea cu o dispersie apoasă ce conține 2-80% pulberi de dolomită / tuf vulcanic și 0,01...2,5% microparticule de cupru sau săruri solubile de cupru, în prezența unui adeziv precum poliacetatul de vinil, poliacrilați de etil/butil, apoi lâna impregnată cu dispersia apoasă este introdusă și presată într-o matriță, menținută 24 ore pentru îndepărtarea apei la temperatura camerei, apoi timp de 2 ore în curent de aer cald la 85°C și în final extragere din matriță a materialului termoizolant.
3. Procedeu conform revendicării 2, **caracterizat prin aceea că** solventul utilizat la conditionarea lânii de oaie poate fi selectat dintre etanol / fracție hexanică / heptan / acetonă / solvenți clorurați la un raport masic solvent / lână de oaie de 1....15/1 iar durata procesului de extracție a lanolinei este de 0,5...5 h.
4. Procedeu conform revendicării 2, **caracterizat prin aceea că** adezivul folosit pentru tratarea lânii de oaie poate fi selectat dintre poliacetatul de vinil sau poliacrilați de etil/butil sau carboximetilceluloză și se adaugă sub formă de dispersie apoasă de concentrații 20.....75% g la un raport masic adeziv / lână de oaie de 0,01....1/1.



5. Procedeu conform revendicării 2, **caracterizat prin aceea că** ignifugarea cu dolomită / tuf vulcanic se realizează la un raport masic dolomită (tuf vulcanic) / lâna de oaie de 0,1....1/1, iar tratamentul bactericid se realizează cu particule de cupru sau săruri solubile de cupru la un raport masic Cu / lâna de oaie de 0,001..... 0,5 / 1.

