

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMANIA



(11) Nr. brevet: **107672 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 09 J 123/22;
C 09 J 109/06; C 09 J 123/06

BREVET DE INVENTIE

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **145941**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **14.09.90**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.12.93 BOPI nr. **12/93**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**RO 100277; 83777; 95257; 64749; AU 456746;
CS 238839**

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: Centrul de Cercetări Protecții Anticorozive, Lacuri și Vopsele, București, RO

(73) Titular: S.C. "Icepalv" S.A., București, RO

(72) Inventatori: Rey Maria Sanda, Bălăceanu Anca, Gavrilă Paula, Nistor Ana, RO

(54) Compoziție și procedeu de preparare a acesteia, pentru etanșări plastico-elastice, cu comportament tixotrop

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la o compoziție pentru etanșanți plastico-elastici, cu comportament tixotrop, caracterizată printr-o balanță optimă a caracteristicilor reologice (consistență, deformabilitate, lipiciozitate, grad de tixotropizare) fizico-mecanice și de comportare la îmbătrânire. Această compoziție conține un elastomer sintetic de cauciuc butilic sau polietilenă sulfoclorurată, parachinondioximă-agent de reticulare, rășină din

derivați de colofoniu sau terpen-fenolică, umplutură anorganică, polimeri polietilenici inferiori, plastifianți lichizi de tip ester sau ulei de transformator, sistem de tixotropizare. Etanșanții se utilizează și în alte domenii de activitate, pentru realizarea unor îmbinări-etanșări între suprafețe rigide și/sau flexibile, cu o bună rezistență la degradare în timp.

Revendicări: 2

RO 107672 B1



Invenția se referă la o compoziție și procedeu de preparare, pentru etanșanți elastico-plastici, cu comportament tixotrop, utilizați pentru realizarea unor etanșări între diferite suporturi rigide (beton, metal, lemn, ceramică), și/sau flexibile (folii pe bază de elastomeri, materiale textile) în construcții, industria constructoare de mașini și alte domenii de activitate.

În scopul realizării unor etanșări între diferite suporturi se cunosc compoziții de etanșanți pe bază de elastomeri sintetici, cu sau fără rășini-agenti de lipiciozitate, umplutură anorganică, plastifianți în solvenți organici cu caracteristici bune de aderență la suport, rezistență la apă, comportare bună la îmbătrânire sub acțiunea factorilor externi, dar care reprezintă dezavantajul unor curgeri pe verticală la temperatura ambiantă și, în special, la cald (+70°C). De asemenea, se cunosc compoziții de etanșanți din aceeași grupă menționată mai sus, care nu curg la aplicare pe suprafețele verticale, dar care reprezintă viscozități prea mari pentru a permite o aplicare corespunzătoare prin diferite tehnici curențe.

Scopul prezentei invenții este realizarea unor etanșeități elastico-plastice, cu o balanță optimă a caracteristicilor reologice (viscozitate, tixotropie, deformabilitate, lipiciozitate), fizico-mecanice și rezistență la îmbătrânire.

Problema pe care o rezolvă invenția este stabilirea unei astfel de asocieri între componenți, precum și a procedurii de preparare, pentru atingerea scopului propus.

Etanșanții, conform invenției, elimină dezavantajele menționate mai sus prin aceea că, în scopul obținerii unei balanțe optime de caracteristici reologice, fizico-mecanice și de rezistență la îmbătrânire, sunt constituiți din 100 părți în

greutate elastomer sintetic, rezistent la degradare sub acțiunea mediului extern, de tip cauciuc butilic, cu grad mic de nesaturare (0,7 moli %) și viscozitate Mooney 45(ML₁+8, 100°C) sau polietilenă clorosulfonată cu conținut de clor de 28...32%, conținut în sulf minim 0,8%, viscozitate Mooney ML(1+4) / 100°C în intervalul 25...50 sau polietilenclorosulfonată cu adaos de maximum 25% cauciuc butadienă-trimetil stiren, cu conținut de 23,5...26,5% în *alfa*-metilstiren și viscozitate Mooney ML(1+4)/100°C în domeniul de 46...58, 0,5...1,5 părți în greutate *para*-chinondioxină ca agent de reticulare, pentru cauciucul butilic, 5...15 părți în greutate rășină-agent de lipiciozitate selectată din grupele de colofoniu, rășini terpen-fenolice, cumaron-indenice, 100...300 părți în greutate umplutură anorganică ce conține 35...40% barită sau făină de cuarț, restul fiind ZnO, caolin, negru de fum tip T (termic), cretă precipitată sau tehnică, în diferite proporții, 10...30 părți în greutate polimeri polietilenici inferiori, cu intervalul de topire în domeniul 60...125°C, 25...40 părți în greutate plastifianți lichizi de tip ester (dimetil sau dioctilftalat) sau ulei de transformator sau extract nafteno- aromatic sau amestecul lor în diferite proporții, sistem de tixotropizare format din 25...35 părți în greutate bentonită organofilizată, în prezență de 12...18 părți în greutate alcool etilic tehnic și 75...125 părți în greutate toluen sau amestec de solvenți organici ce conțin polietilenă sulfoclorurată.

Procedeu de preparare a etanșanților constă în realizarea într-o primă etapă a unui plastic preparat pe valț de prelucrare a cauciucului, conform tehnicii cunoscute, prin amestecarea intensivă a elastomerului cu plastifianți solizi (polimeri polietilenici inferiori) și parțial sau total lichizi, introducând alternativ în porții,

cu umplutura anorganică, material plastic ce se dizolvă într-o etapă ulterioară în solvenți organici, în care s-au dizolvat, în prealabil, rășina și, eventual, restul de plastifianți lichizi, în malaxor cu brațe orizontale, prevăzut cu manta de încălzire-răcire, la $T = 50... 80^{\circ}\text{C}$, formând o pastă omogenă la care se adaugă bentonita organofilizată și alcoolul etilic tehnic, cu continuarea amestecării timp de 2 h.

Față de alte tipuri de etanșanți pe bază de elastomeri, etanșanții, conform invenției, prezintă avantajul unei balanțe optime a proprietăților reologice (viscozitate, tixotropie, deformabilitate, lipiciozitate, grad de udare a suportului), fizico-mecanice și de rezistență la îmbătrânire.

Se dau, în continuare, patru exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Se realizează un material format din 15 părți în greutate cauciuc butilic, 15 părți în greutate oxid de zinc, 6,75 părți în greutate cretă precipitată, 3,75 părți în greutate caolin, 15 părți în greutate barită, 2,25 părți în greutate polimeri polietilenici inferiori, 0,15 *para*-chinondioximă, 1,5 părți în greutate colofoniu și 1,2 părți în greutate ulei de transformator, prin amestecarea intensivă a componentelor pe valț de prelucrare a cauciucului la $T = 50...80^{\circ}\text{C}$, material plastic ce se dizolvă într-o etapă ulterioară în 18,75 părți în greutate toluen la care s-a adăugat, în prealabil, 3 părți în greutate extract nafteno-aromatic, dizolvare realizată prin gonflarea materialului plastic în solvent, timp de 8...16 h, urmată de amestecare timp de 2...8 h, în malaxor cu brațe orizontale, la $T = 20...50^{\circ}\text{C}$, formându-se o pastă omogenă, la care se adaugă 39 părți în greutate bentonită organofilizată sub formă de pulbere și 1,95 părți în greutate alcool

etilic, se continuă amestecarea timp de circa 2 h.

Exemplul 2. Compoziție și procedeu de preparare, conform exemplului 1, cu diferența că în loc de 100 părți în greutate barită se utilizează 100 părți în greutate făină de cuarț.

Exemplul 3. Se realizează un material plastic format din 20 părți în greutate polietilenă sulfoclorurată, 5 părți în greutate polimeri polietilenici inferiori, 2,5 părți în greutate colofoniu, 7,50 părți în greutate cretă precipitată, 12,5 părți în greutate barită, 3,75 părți în greutate negru de fum, tip R.300; 6,25 părți în greutate caolină, 7,5 părți în greutate dioctil ftalat, prin amestecarea intensivă a componentelor pe valț de prelucrare a cauciucului, la $T = 20...50^{\circ}\text{C}$, material plastic ce se dizolvă într-o etapă ulterioară în 18,75 părți în greutate amestec de solvenți organici, format din toluen/xilen/white spirit/butanol în raport gravimetric de 2/1/0,75/0,5, dizolvarea realizată prin gonflarea plasticului în amestec de solvenți, timp de 8...16 h, urmată de amestecare 2...6 h în malaxor cu brațe orizontale la temperatura ambiantă, formând o pastă omogenă la care se adaugă 6,25 părți în greutate bentonită organofilizată, sub formă de pulbere și 3,125 părți în greutate alcool etilic, se continuă amestecarea la 2 h.

Exemplul 4. Compoziție și procedeu de preparare, conform exemplului 3, cu diferența că 20 părți în greutate polietilenă sulfoclorurată și 5 părți în greutate cauciuc butadien-*alfa* metilstirenici, iar 18,75 părți în greutate amestec de solvenți organici se substituie cu aceeași cantitate de toluen.

Caracteristicile principale ale etanșanților, conform invenției, sunt prezentate în tabelul care urmează:

Nr. crt.	Caracteristică	UM	Valoare
1.	Aspect	pastă gri, bej	omogenă
2.	Culoare		negru
3.	Consistență prin penetrație, $t=20^{\circ}\text{C}$	maximum 10^{-1}	180 - 230
4.	Conținut extract sec	%	maximum 65
5.	Curgere pe verticală (2 h x 70°C)	fără curgere	
6.	Rezistență la forfecare, 01/01 după 48 h, la 23°C	daN/cm ²	minimum 0,500
7.	Absorbție de apă (24 h / 23°C)	%	maximum 1,0
8.	Rezistență la frig (2 h la -30°C)	fără fisuri la suport	sau neaderent
9.	Comportare la îmbătrânire	la suport	
	a) îmbătrânire termică (6 zile x 70°C)	la suport	
	b) căldură umedă (6 zile, 40°C , 95%, 4 h)	la suport	
	c) radiații UV (72 h)	la suport	

a) Penetrometru cu con STAS 42-68.

b) Determinările s-au efectuat prin îndoirea la 180°C a unei pelicule de mastic cu grosimea de circa 1 mm depus pe o suprafață metalică (01, A1) după condiționarea conform punctelor respective.

Revendicări

1. Compoziție pentru etanșanți plastico-elastici, cu comportament tixotrop, caracterizată prin aceea că, în scopul realizării unor balanțe optime a caracteristicilor reologice, fizico-mecanice și de rezistență la îmbătrânire, este constituită în părți în greutate din : 100 părți elastomer sintetic rezistent la degradare sub acțiunea mediului extern, de tip cauciuc butilic, cu grad mic de nesaturare sau polietilenă sulfoclorurată, cu adaos de maximum 25% cauciuc butadienă-*alfa* metilstiren, 0,5...1,5 părți *para*-chinondioximă ca agent de reticulare pentru cauciuc butilic, 5...15 părți rășină ca agent de lipiciozitate selectată din grupele derivați de colofoniu, rășini terpen-fenolice, cumaronindenice, 100...300 părți umplutură anorganică ce conține 35...40% barită sau făină de cuarț, restul fiind oxid de zinc, caolin, negru de fum, cretă precipitată sau tehnică, în diferite proporții, 10...30 părți polimeri polietilenici inferiori cu

intervalul de topire în domeniul 60...
125°C, 25...40 părți plastifianți lichizi de tip ester sau ulei de transformator sau extract nafteno-aromatic sau amestecul lor în diferite proporții, sistem de tixotropizare format din 25...35 părți bentonită organofilizată în prezență de 12...18 părți alcool etilic tehnic și 75...125 părți toluen sau amestec de solvenți organici ce conțin minimum 55% toluen, restul fiind format din xilen, white spirit și până la 10% butanol în cazul variantelor ce conțin polietilenă clorosulfonată.

2. Procedeu de preparare a etanșanților, cu compoziția conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, pentru realizarea într-o primă etapă a unui material plastic preparat pe valț de prelucrare a cauciucului, se amestecă intensiv elastomerul cu plastifianții solizi (polimeri polietilenici inferiori) și parțial sau total lichizi introduși alternativ, în porții, cu umplutura anorganică, materiale plastice ce se dizolvă într-o etapă ulterioară în solvenți organici, în care se dizolvă, în prealabil, rășină și, eventual, restul de

plastifianți lichizi, în malaxorul cu brațe orizontale, prevăzut cu manta de încălzire-răcire, la $T = 50...80^{\circ}\text{C}$, se formează o pastă omogenă la care se adaugă, în

5

etapa următoare, bentonita organofilizată, sub formă de pulbere și alcoolul etilic tehnic, se continuă amestecarea timp de minimum 2 h.

Președintele comisiei de invenții: chim. Iliescu Octavian
Examinator: fiz. Coliu Elena

Grupa 12

Preț lei 2109