



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00283**

(22) Data de depozit: **26/05/2021**

(41) Data publicării cererii:
29/11/2022 BOPI nr. **11/2022**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEXTILE ȘI PIELĂRIE - BUCUREȘTI,
STR. LUCREȚIU PĂTRĂȘCANU NR. 16,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **AILENI RALUCA MARIA,
PIAȚA VOIEVOZILOR NR. 25, BL. A12, ET. 4,
AP. 18, IAȘI, IS, RO;**
• **CHIRIAC LAURA, ȘOS. PANTELIMON
NR. 291, BL. 9, SC. A, ET. 9, AP. 35,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **TOMA DOINA, STR. LT. AUREL BOTEA
NR. 9, BI. B5, SC. 1, AP. 15, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **COMPOZITE TEXTILE PE BAZĂ DE PELICULE POLIMERICE
CU CONȚINUT DE MATERIALE FEROMAGNETICE ȘI
PARAMAGNETICE PENTRU ECRANE ELECTROMAGNETICE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la compozite textile pe bază de pelicule polimerice cu conținut de materiale feromagnetice și paramagnetice utilizate pentru realizarea ecranelor electromagnetice în aplicații tehnice pentru microelectronică, în domeniul monitorizării medicale sau pentru textile inteligente interactive și la un procedeu de realizare a acestora. Compozitul textil conform invenției este funcționalizat prin depunerea peliculei polimerice (A) sau (B) pe suprafața țesăturii (C), realizată prin țesere din fire din bumbac și pregătită prin fierbere - albire și clătiri succesive, prin procedeul ultrasonării timp de 20...30 minute, urmat de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire cu rezistențe electrice, la o temperatură cuprinsă între 105...155°C timp de 3...10 minute, peliculele electroconductive fiind obținute după cum urmează:

1) pelicula polimerică (A) este obținută dintr-o soluție cu conținut de 5...7% alcool polivinilic, 84...85% apă distilată și 9...10% microparticule de Ni cu dimensiuni < 150 μm și

2) pelicula polimerică (B) este obținută dintr-o soluție cu conținut de 5...7% alcool polivinilic, 81...85% apă distilată, 5...6% microparticule de Ni și 5...6% microparticule de Al, ambele pelicule polimerice (A) și (B) fiind obținute prin amestecarea componentelor enumerate mai sus ale celor două pelicule cu ajutorul unui agitator mecanic timp de 5...10 minute, urmată de amestecarea magnetică timp de 30...60 minute la o temperatură cuprinsă între 80...86°C.

Revendicări: 5



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	a 22 sep 2021
Data depozit 26-05-2021	

DESCRIERE

**Compozite textile pe bază de pelicule polimerice cu conținut de materiale feromagnetice
și paramagnetice pentru ecrane electromagnetice**

Invenția se referă la un procedeu de realizare și compoziția chimică a unor pelicule polimerice cu proprietăți electroconductive pe bază de microparticule de Ni sau microparticule de Ni și Al destinate realizării de ecrane electromagnetice, aplicații tehnice pentru microelectronică, domeniul monitorizării medicale sau pentru textile inteligente interactive. Materialul compozit este obținut pe baza unor pelicule polimerice A sau B (pe bază de microparticule de Ni sau microparticule de Ni și Al) care sunt depuse pe țesătura C din bumbac 100% prin procedeul ultrasonării. Astfel, pe țesătura C se depune prin ultrasonare o peliculă polimerică A conținând matricea polimerică alcool polivinilic (PVA) și microparticule de nichel cu dimensiuni mai mici de 150 μm sau o peliculă polimerică B conținând matricea polimerică PVA și microparticule de Ni și Al, urmată de reticulare la temperatura de 105...155° C, ulterior pregătirii, constând în fierbere-albire și clătiri successive.

Cercetările științifice în domeniul realizării ecranelor electromagnetice prezintă un interes deosebit pentru utilizarea materialelor feromagnetice pentru realizarea ecranelor pentru atenuare electromagnetică [1, 2, 3, 4].

Utilizarea compozitelor pe bază de silicon, nichel, fier sau a nanotuburi de carbon este des întâlnită pentru realizarea unor ecrane pentru atenuarea radiațiilor electromagnetice [5, 6].

La nivel mondial există brevetele US4890083A, CN1268803C, US20200315073A1, WO2014030635A1, CN101287354A, CN103171184A, EP1703247A1 și US8492296B2 care prezintă invenții de materiale compozite pe bază de nichel sau cupru pentru ecranarea electromagnetică, în special realizate prin procedeul de electrodepunere a metalelor [7, 8, 9, 10, 11, 12].

Suportul textil C se realizează prin țesere pe mașini de țesut convenționale și are în urzeală fire cu densitatea de lungime 50x2 tex din 100% fibre de bumbac și în bătătură fire cu densitatea de lungime 50x3 tex, din 100% fibre de bumbac cu desimea în urzeală 290...300 fire/10 cm, iar în bătătură 115...125 fire/10 cm, cu legatura diagonal 3/1. Masa pe unitatea de suprafață a țesăturii C este cuprinsă între 510 și 520 g/m².

Procedeul de realizare a materialului compozit, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut C constând în curățare alcalină și albire, operația de depunere a

peliculei polimerice electroconductive A sau B prin procedeul ultrasonării pe țesătura C și operația de reticulare la temperatură de 105...155° C.

Operația de pregătire a țesăturii C prin procedeul de epuizare, se realizează la un raport de flotă de 1:5...1:10, constând în curățare alcalină cu o soluție care conține 8...10 g/L hidroxid de sodiu 50%, 2...4 g/L carbonat de sodiu, 1...2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, la temperatura de 95...98° C, timp de 60...90 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, albire cu 10...20 mL/L apă oxigenată 30% p.a., 2...4 g/l hidroxid de sodiu 50%, 1...2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, 0,5...1 g/l agent de stabilizare a apei oxigenate, la temperatura de 95...98° C, timp de 60 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, neutralizare cu 0,5...1 ml/l acid acetic 60%, uscare prin convecție sau prin activare termică controlată timp de 30...60 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.

Operațiile de pregătire a suportului țesut C constând în curățare alcalină și albire au ca scop stabilizarea dimensională, îndepărtarea însoțitorilor naturali și tehnologici ai fibrelor și țesăturii, îmbunătățirea hidrofiliei și capacității de absorbție a substanțelor polimerice, astfel încât suportul textil C să devină o suprafață de contact stabilă și curățată în profunzime, la care pelicula polimerică (A), pe bază de matrice polimerică (de exemplu: alcool polivinilic) și microparticule de nichel, sau pelicula polimerică (B), pe baza de microparticule de Ni și Al, să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii și care să asigure un nivel al rezistenței electrice de suprafață cuprinse între $10^2...10^3 \Omega$ pe fața țesăturii A la depunerea peliculei polimerice A sau B.

Operația de realizare a materialului compozit constă în:

-depunerea peliculei polimerice electroconductive A, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule metalice de nichel, cu dimensiuni mai mici de 150 μm , sau a peliculei polimerice electroconductive B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni și Al, prin procedeul ultrasonării pe țesătura C, urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 105...155 °C, timp de 10...3 minute.

Obținerea peliculei electroconductive A pe bază de matrice polimerică PVA cu conținut de microparticule de nichel (figura 1) sau a peliculei electroconductive B pe bază de matrice polimerică cu conținut de microparticule de Ni și Al (figura 2), se realizează prin reticulare la temperaturi de 105...155° C, timp de 10...3 minute, prin convecție, de preferință utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- prin procedeul de ultrasonare se pot obține suprafețe conductive pentru ecrane de atenuare electromagnetică, aplicații tehnice pentru microelectronică, domeniul monitorizării medicale sau pentru textile inteligente interactive;
- datorită reticulării termice, pelicula polimerică electroconductivă A sau B se fixează pe țesătura C și permite obținerea de electrozi conductivi pentru ecrane de atenuare electromagnetică cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între $10^2 \dots 10^3 \Omega$.
- datorită peliculei polimerice A pe bază de matrice polimerică alcool polivinilic (PVA) cu conținut de microparticule de nichel (Ni), suprafața textilă devine electroconductivă după reticularea la temperatura de $105 \dots 155^\circ \text{C}$ timp de $10 \dots 3$ minute.
- datorită peliculei polimerice B pe bază de matrice polimerică alcool polivinilic (PVA) cu conținut de microparticule de nichel (Ni) și aluminiu (Al), suprafața textilă devine electroconductivă după reticularea la temperatura de $105 \dots 155^\circ \text{C}$ timp de $10 \dots 3$ minute.
- datorită conținutului de microparticule de nichel cu dimensiuni $< 150 \mu\text{m}$ sau/si microparticule de aluminiu, materialul compozit poate fi utilizat la realizarea unor ecrane electromagnetice, electrozi sau textile inteligente interactive.
- datorită peliculelor polimerice A sau B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni sau/și Al, depuse prin ultrasonare și reticulate pe suprafața țesăturii A, se obține un compozit cu rezistența electrică de suprafață între $10^2 - 10^3 \Omega$.

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, pelicula polimerică A sau B obținută pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni și/sau Al, este uniformă hidrofilă, aderentă la suprafața țesăturii C și reticulează la $105-155^\circ \text{C}$ după $10 \dots 3$ minute, prezentând valori ale rezistenței electrice de suprafață reduse ($10^2 \dots 10^3 \Omega$), caracteristice materialelor electroconductive cu potențial de utilizare pentru ecrane electromagnetice.

De asemenea, caracterul de noutate constă și în utilizarea pentru realizarea materialului compozit a peliculelor polimerice conductive A sau B pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni sau/și Al, depuse prin ultrasonare pe suprafața țesăturii C.

Bibliografie

1. Bavastro, D., Canova, A., Giaccone, L., & Manca, M. (2014). Numerical and experimental development of multilayer magnetic shields. *Electric power systems research*, 116, 374-380.
2. Krajewski, M., Tokarczyk, M., Stefaniuk, T., Słomińska, H., Małolepszy, A., Kowalski, G., ... & Ślawska-Waniewska, A. (2020). Magnetic-field-induced synthesis of amorphous iron-nickel wire-like nanostructures. *Materials Chemistry and Physics*, 246, 122812.
3. Sreedeviamma, D. K., Remadevi, A., Sruthi, C. V., Pillai, S., & Peethambharan, S. K. (2020). Nickel electrodeposited textiles as wearable radar invisible fabrics. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 88, 196-206.
4. Pandey, R., Tekumalla, S., & Gupta, M. (2020). EMI shielding of metals, alloys, and composites. In *Materials for Potential EMI Shielding Applications* (pp. 341-355). Elsevier.
5. Wanying, L. U. A. N., Qin, W. A. N. G., Qi, S. U. N., & Yinxiang, L. U. (2021). Preparation of CF/Ni-Fe/CNT/silicone layered rubber for aircraft sealing and electromagnetic interference shielding applications. *Chinese Journal of Aeronautics*.
6. Turczyn, R., Krukiewicz, K., Katunin, A., Sroka, J., & Sul, P. (2020). Fabrication and application of electrically conducting composites for electromagnetic interference shielding of remotely piloted aircraft systems. *Composite Structures*, 232, 111498.
7. Trenkler, G., Delagi, R. G., Padovani, F. A., & Winslow, D. L. (1989). U.S. Patent No. 4,890,083. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
8. Nickel-copper composite metal textile and preparation method thereof, CN1268803C, 2004
9. Electromagnetic Wave Shielding Material, Tanaka, K. (2020). U.S. Patent Application No. 16/089,793.
10. Magnetic field-shielding electromagnetic shielding material, WO2014030635A1, 2014.
11. Electro-magnetic shielding material of tin-nickel alloy and preparing method thereof, CN101287354A, 2011.
12. Sasaki, H., Nishizakura, R., Morimoto, K., & Takada, S. (2013). U.S. Patent No. 8,492,296. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

REVENDICĂRI

1. Compoziția peliculei polimerice A se **caracterizează prin aceea că** este obținută dintr-o soluție cu conținut de alcool polivinilic 5...7%, apă distilată 85...84% și 10...9% microparticule de Ni cu dimensiuni mai mici de 150 μm .
2. Compoziția peliculei polimerice B se caracterizează prin aceea că este obținută dintr-o soluție cu conținut de alcool polivinilic 5...7%, apă distilată 85...81%, 5...6% microparticule de Ni și 5...6% microparticule de Al.
3. Procedul de obținere a peliculei electroconductive A pe bază de matrice polimerică PVA cu conținut de microparticule metalice (nichel) **conform revendicării 1**, constă în aceea că pelicula polimerică A este obținută prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp la 5...10 minute a următoarelor componente: microparticule de Ni, soluție de alcool polivinilic și apă distilată amestecate magnetic timp de 30...60 minute la temperatura de 80...86° C.
4. Procedul de obținere a peliculei electroconductive B pe bază de matrice polimerică PVA cu conținut de microparticule metalice (nichel și aluminiu) **conform revendicării 2**, constă în aceea că pelicula polimerică B este obținută prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp la 5...10 minute a următoarelor componente: microparticule de Ni, microparticule de Al, soluție de alcool polivinilic și apa distilată amestecate magnetic timp de 30...60 minute la temperatura de 80...86° C.
5. Compozitul textil funcționalizat prin depunerea peliculei polimerice A sau B cu proprietăți conductive se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin aplicarea peliculei polimerice conductive A sau B pe suprafața țesăturii C, având compoziția **conform revendicării 1 sau revendicării 2** și fiind obținut **conform revendicării 3 sau conform revendicării 4**, prin procedeul ultrasonării timp de 20...30 de minute pe suprafața țesăturii C, urmat de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la temperatura de 105...155° C, timp de 10...3 minute, ulterior pregătirii, constând în fierbere-albire, clătiri successive. Procedeul de funcționalizare conduc la obținerea unei suprafețe cu proprietăți electroconductive având rezistența electrică de suprafață $10^2...10^3 \Omega$, fiind destinat realizării ecranelor electromagnetice, aplicațiilor tehnice pentru electronică, domeniului medical sau pentru textile inteligente interactive.

FIGURI

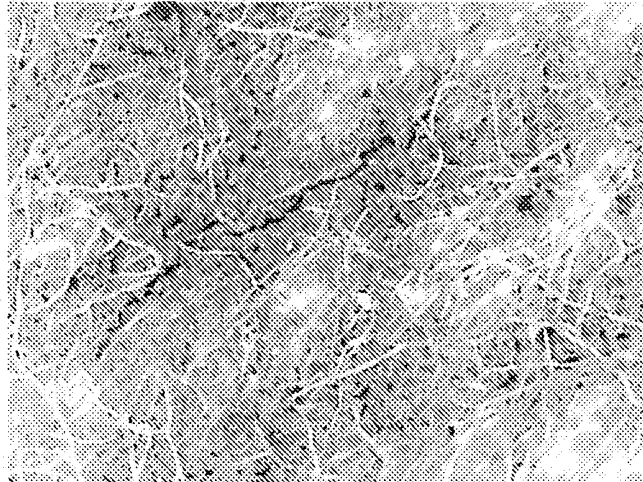


Figura 1. Compozit funcționalizat prin depunere de pelicula polimerică A, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni, pe suportul textil C. Analiza suprafeței prin microscopiei digitală

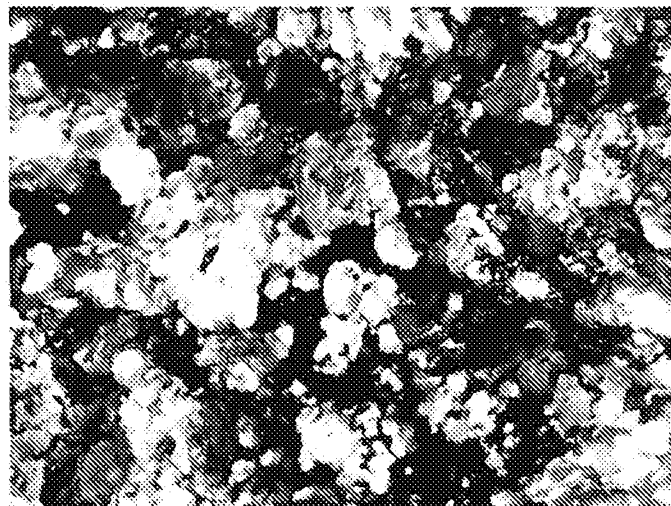


Figura 2. Compozit funcționalizat prin depunere de pelicula polimerică B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Ni și Al, pe suportul textil C. Analiza suprafeței prin microscopiei digitală