



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 00867**

(22) Data de depozit: **20/12/2018**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2022** BOPI nr. **5/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2020 BOPI nr. **6/2020**

(73) Titular:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEXTILE ȘI PIELĂRIE,
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;
• SURDU LILIOARA, ȘOS.PANTELIMON
NR.146, BL.101, SC.2, ET.8, AP.53,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

• SOARE VASILE, STR.BACIULUI NR.14,
BL.9, SC.3, ET.4, AP.60, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;
• NEAGU GEORGETA, STR. AMICIȚIEI
NR. 63 SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
XIUQI LI Ș.A., "PREPARATION OF
POLYURETHANE/POLYVINYL ALCOHOL
HYDROGEL AND ITS PERFORMANCE
ENHANCEMENT VIA COMPOSITING WITH
SILVER PARTICLES", RSC ADV., VOL. 7,
PP. 46480-46485, 2017; HUI-WANG CUI
Ș.A., "SUPER FLEXIBLE, HIGHLY
CONDUCTIVE ELECTRICAL COMPOSITOR
HYBRIDIZED FROM POLYVINYL ALCOHOL
AND SILVER NANO WIRES, RSC ADV.,
VOL. 5, PP. 7200-7207, 2015

(54) **ȚESĂTURĂ PELICULIZATĂ CU MICROPARTICULE
METALICE, DESTINATĂ REALIZĂRII SENZORILOR TEXTILI
ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTEIA**



Invenția se referă la o țesătură peliculizată cu microparticule metalice destinată realizării senzorilor textili și la un procedeu de obținere a acesteia. Procedeu descris, de obținere a țesăturii cu proprietăți conductive pe bază de suport textil din fire de bumbac 100% destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile, prin procedeul peliculizării, constă în depunerea prin raclare pe una din suprafețe a unei paste conținând produse polimerice aderente peliculogene (poliuretani, alcool polivinilic, agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici) și microparticule de argint cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm și reticulare la temperatura de 100...120°C, ulterior pregătirii constând în fierbere-albire, clătiri succesive și activare termică controlată timp de 30...60 s în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700 W.

La nivel mondial există brevetele **US 6289939**, **US 3586597 A**, **US 3582445 A** și **US 3582448 A** care prezintă invenții de țesături pe bază de fibre sau fire conductive utilizate pentru obținerea produselor cu proprietăți antistatice. În cererile de brevet **US 6627861 B2** și **US 6172344** sunt prezentate elemente textile electroconductive cu proprietăți specifice semiconductorilor pe bază de metale, fibre de carbon, cerneluri pe bază de carbon și broderii cu fire conductive, pentru a obține circuite electrice care produc încălzirea suprafeței îmbrăcăminte sau a scaunelor auto. Din literatura științifică (**Kucinska-Lipka, 2018**) se cunoaște faptul că prin fotopolimerizare prin tehnica cross-linking se pot obține hidrogeluri biocompatibile din poliuretan-diol și alcool polivinilic, care pot fi utilizate în medicina regenerativă și pentru îmbunătățirea citocompatibilității implanturilor neuronale sau cohleare, prin tratarea suprafeței microelectrozilor invazivi cu hidrogeluri pe bază de poliuretan și alcool polivinilic (**Li et al., 2015**). Tot în literatura de specialitate Xiuqi Li ș.a. în articolul ***Preparation of polyurethane/polyvinyl alcohol hydrogel and its performance enhancement via compositing with silver particles*** (RSC Adv., 2017, 7, 46480–46485) și Hui-Wang Cui ș.a. în articolul ***Super flexible, highly conductive electrical compositors hybridized from polyvinyl alcohol and silver nano wires*** (RSC Adv., 2015, 5, 7200-7207) prezintă obținerea unor paste conductive pe bază de poliuretan, alcool polivinilic și particule de argint, folosite în diferite domenii.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția, constă în obținerea unei țesături cu proprietăți antimicrobiene și valori ale rezistivității de suprafață reduse, cu potențial de utilizare în realizarea senzorilor textili.

Compoziția de pastă polimerică pe bază de poliuretan, alcool polivinilic și nanoparticule de argint conform invenției, este obținută din 5...10% soluție de poliuretan-diol de concentrație 88% în apă și vâscozitate 4000...10000 cps, 1...2% alcool polivinilic de concentrație 99% în apă distilată, 60...80% microparticule de argint cu dimensiuni de 3,5...45 μm și 2...3% agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, procentele fiind exprimate în greutate.

Procedeu de obținere a pastei polimerice conform invenției, constă în amestecarea la temperatura camerei, cu ajutorul unui agitator mecanic, timp de 5...10 min a următoarelor componente: poliuretan-diol, microparticule de argint, soluție de alcool polivinilic preparată anterior din 15...20% alcool polivinilic și 85...80% apă distilată prin amestecare magnetică timp de 20...30 min la o temperatură de 96...98°C, și un agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.

Procedeu de obținere a țesăturii cu proprietăți conductive conform invenției, constă în aplicarea pastei polimerice pe suprafața țesăturii prin procedeul peliculizării, urmat de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o

temperatură de 100...120°C, timp de 5...2 min, rezultând o țesătură funcționalizată cu o suprafață conductivă având rezistența de suprafață de $2,2 \times 10^2 \dots 6,6 \times 10^5 \Omega$, destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare.	1
Invenția prezintă următoarele avantaje:	3
- prin procedeul de peliculizare utilizat se pot obține electrozi flexibili de suprafață;	5
- datorită reticulării termice, suprafața electroconductivă realizată se fixează pe țesătură și permite obținerea de electrozi textili cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între $2,2 \times 10^2 \dots 6,6 \times 10^5 \Omega$;	7
- datorită peliculei polimerice pe bază de alcool polivinilic, agenți de îngroșare și poliuretan cu conținut de microparticule de argint, suprafața textilă devine electroconductivă;	9
- datorită dopării cu microparticule de argint cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm, țesătura poate fi utilizată la realizarea unor electrozi de suprafață cu caracter antimicrobian.	11
În continuare se prezintă invenția pe larg în legătură și cu figurile care reprezintă:	13
- fig. 1 - funcționalizarea suprafeței textile prin peliculizare cu pastă polimerică pe bază de microparticule de argint;	15
- fig. 2 - suprafață textilă funcționalizată prin peliculizare cu pastă polimerică pe bază de microparticule de argint (vedere microscop optic).	17
Suportul textil este o țesătură din fire filate de bumbac 100%, dublate și răsucite, cu densitatea de lungime a firelor exprimată în Tex (Nm) = 47,36 x 2 (21,11/2) și Tex (Nm) = 44,45 (22,5/2), cu torsiunea firului simplu între 648...715 torsiuni/m și răsucirea între 386...420 torsiuni/m, masa pe unitatea de suprafață a țesăturii fiind cuprinsă între 440...456 g/m ² .	19
Procedeul de realizare a țesăturii electroconductive, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut constând în curățare alcalină și albire, operația de depunere a pastei polimerice electroconductive prin procedeul peliculizării prin radare și operația de reticulare la temperatură de 100...120°C.	23
Operația de pregătire a țesăturii 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 min, 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 min, 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 s în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700 W.	25
Operația de pregătire a țesăturii 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 min, 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 min, 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 s în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700 W.	27
Operațiile de pregătire a suportului țesut 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 să devină o suprafață de contact stabilă și curățată în profunzime, la care pasta electroconductivă, conținând substanțe polimerice peliculogene (de exemplu: poliuretan-diol, alcool polivinilic, agenți de îngroșare pe bază de sare de amoniu a acidului carboxilic), micro particule de argint, să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii și care să asigure un nivel al rezistenței de suprafață cuprins între $10^2 \dots 10^5 \Omega$.	29
Operația de funcționalizare a suprafeței țesăturii constă în depunerea pastei polimerice electroconductive pe bază de poliuretan-diol, microparticule metalice de argint, cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm, soluție de alcool polivinilic (PVA) și agent de îngroșare	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45
	47

polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, prin procedeul peliculizării (fig. 1) urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...120°C, timp de 5...2 min.

Obținerea peliculei electroconductive cu conținut de microparticule de argint (fig. 2), deci formarea structurii tridimensionale pe fibra textilă, se realizează prin reticulare la temperaturi de 100...120°C, timp de 5...2 min, prin convecție, de preferință utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice, sau prin încălzire dielectrică timp de 30...60 s în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700 W.

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, pelicula polimerică obținută în principal din poliuretan-diol, soluție de alcool polivinilic, microparticule de argint și agent de îngroșare pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, este uniformă, poroasă, aderentă la suprafața țesăturii, prezentând o anumită capacitate de umflare, proprietăți cauciuc elastice, proprietăți antimicrobiene și valori ale rezistivității de suprafață reduse, caracteristice conductorilor și semiconductorilor cu potențial de utilizare pentru electrozi textili flexibili.

De asemenea, caracterul de noutate constă și în utilizarea pentru uscarea țesăturii a procedeului de încălzire dielectrică și de activare termică controlată a suprafeței textile, în câmp de microunde de frecvență 2,4 GHz, aplicat anterior depunerii pastei conținând poliuretan-diol, soluție de alcool polivinilic, microparticule de argint și agent de îngroșare.

Se prezintă în continuare un exemplu de realizare a invenției.

Exemplu

Suportul textil este o țesătură din fire filate de bumbac 100%, dublate și răsucite, cu densitatea de lungime a firelor exprimată în Tex (Nm) = 47,36 x 2 (21,11/2) și Tex (Nm) = 44,45 (22,5/2), cu torsiunea firului simplu între 648...715 torsiuni/m și răsucirea între 386...420 torsiuni/m, masa pe unitatea de suprafață a țesăturii fiind cuprinsă între 440...456 g/m².

Procesul de pregătire a țesăturii se realizează pe un jigher tip Mathis la un raport de flotă de 1:5 și constă în curățare alcalină cu o soluție care conține 10 g/L hidroxid de sodiu 50%, 4 g/L carbonat de sodiu, 2 g/L agent tensioactiv de udare - spălare neionic, la temperatura de 95...98°C, timp de 90 min, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, albire cu 15 mL/L apă oxigenată 30% p.a., 4 g/L hidroxid de sodiu 50%, 1 g/L agent tensioactiv de udare - spălare neionic, 1 g/L agent de stabilizare a apei oxigenate, la temperatura de 95...98°C, timp de 60 min, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, neutralizare cu 1 mL/L acid acetic 60%, uscare prin activare termică controlată timp de 30 s în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700 W.

Operația de funcționalizare se realizează pe un aparat de peliculizare tip Mathis (fig. 1), prin depunerea pe una din fețele țesăturii a pastei polimerice electroconductive, care conține: microparticule metalice de argint 70%, cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm și 5% poliuretan-diol de concentrație 88%, 1% alcool polivinilic (PVA) de concentrație 99% și 2% agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, urmată de reticulare pe un aparat de uscare-termofixare tip Mathis, la o temperatură de 120°C, timp de 5 min.

Prepararea pastei polimerice electroconductive se realizează prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp de 10 min a următoarelor componente: poliuretan-diol și microparticule de argint, soluție de alcool polivinilic, amestecată magnetic timp de 20 min la temperatura de 96...98°C, și un agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.

Produsul astfel obținut are rezistivitatea de suprafață între 10²...10⁵ Ω, încadrându-se în gama materialelor electroconductive cu potențial de utilizare în realizarea senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile.

	1
1. Compoziție de pastă polimerică pe bază de poliuretan, alcool polivinilic și nanoparticule de argint, caracterizată prin aceea că , este obținută din 5...10% soluție de poliuretan-diol de concentrație 88% în apă și vâscozitate 4000...10000 cps, 1...2% alcool polivinilic de concentrație 99% în apă distilată, 60...80% microparticule de argint cu dimensiuni de 3,5...45 μm și 2...3% agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, procente fiind exprimate în greutate.	3
	5
	7
2. Procedeu de obținere a pastei polimerice definită în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că , se amestecă la temperatura camerei, cu ajutorul unui agitator mecanic, timp de 5...10 min următoarele componente: poliuretan-diol, microparticule de argint, soluție de alcool polivinilic preparată anterior din 15...20% alcool polivinilic și 85...80% apă distilată prin amestecare magnetică timp de 20...30 min la o temperatură de 96...98°C, și un agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.	9
	11
	13
3. Procedeu de obținere a țesăturii cu proprietăți conductive pe bază de suport textil din fire de bumbac și pastă polimerică definită în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că , aplicarea pastei polimerice pe suprafața țesăturii prin procedeul peliculizării, urmat de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...120°C, timp de 5...2 min, rezultând o țesătură funcționalizată cu o suprafață conductivă având rezistența de suprafață de $2,2 \times 10^2 \dots 6,6 \times 10^5 \Omega$, destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare.	15
	17
	19
	21

(51) Int.Cl.

D02G 3/44 (2006.01);

D03D 15/00 (2006.01)

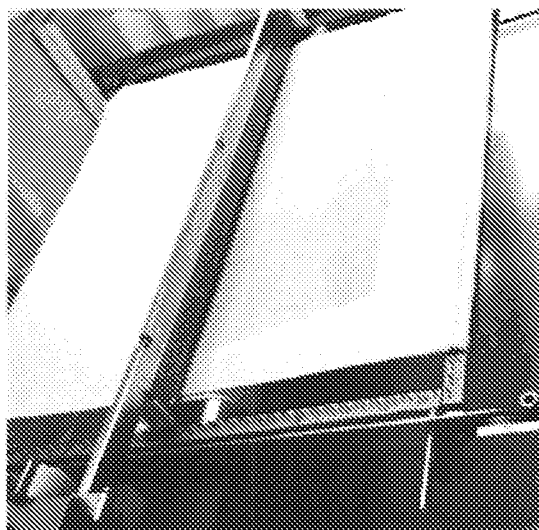


Fig. 1

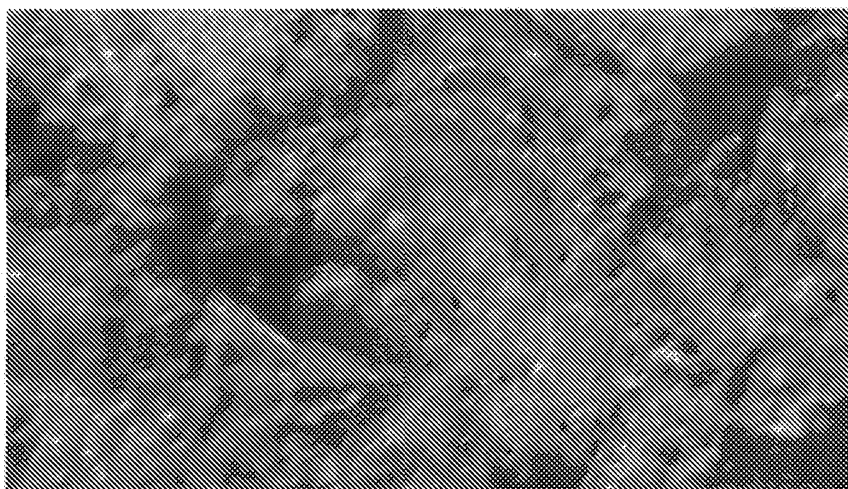


Fig. 2



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 247/2022