



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2020 00814**

(22) Data de depozit: **08/12/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2022 BOPI nr. **6/2022**

(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;**
• **JIPA CRISTIAN, STR. BUHUȘI, NR. 2, BL. 3,
SC. 2, AP. 65, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **TOMA DOINA, STR. LT. AUREL BOTEA
NR. 9, BI. B5, SC. 1, AP. 15, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **MATERIAL COMPOZIT PE BAZĂ DE GRAFEN
CU PROPRIETĂȚI CONDUCTIVE ȘI ANTISTATICE OBȚINUT
PRIN FUNCȚIONALIZARE ÎN PLASMĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material compozit cu proprietăți electroconductive și antistatice utilizat pentru realizarea electrozilor pentru actuatori. Procedeu, conform invenției, constă în etapele de funcționalizare a a unui suport țesut din 100% fibre de bumbac prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, imersare a țesăturii într-o dispersie polimerică pe bază de matrice polimerică polivinilpirolidonă și oxid de grafenă, fixare prin uscare liberă la temperatura de 18...22°C timp de 100...120 min, rezultând un

compozit textil electroconductiv având o rezistență la suprafață de $10^5 \Omega$, imersare într-o soluție pe bază de ditionit de sodiu timp de 10...15 min la temperatura de 40°C, clătire cu apă distilată și uscare prin convecție, rezultând un compozit textil antistatic, având o rezistență la suprafață de $10^8...10^9 \Omega$.

Revendicări: 5
Figuri: 2



Material compozit pe bază de grafen cu proprietăți conductive și antistatice obținut prin funcționalizare în plasmă

Invenția se referă la un procedeu de funcționalizare a țesăturii A, de realizare a compozitului cu proprietăți electroconductive și compoziția chimică a unei dispersii polimerice B pe bază matrice polimerică polivinilpirolidonă și oxid de grafenă destinate realizării actuatorilor, senzorilor sau ecranelor pentru atenuare electromagnetică pentru aplicații tehnice în electronică sau pentru textile inteligente. Materialul compozit este obținut prin funcționalizare în mediu de plasmă cu oxigen a țesăturii A și pe baza unei dispersii polimerice B (pe bază de matrice polimerică PVP și oxid de grafenă) în care țesătura A din bumbac 100% este imersată. Astfel, pe suprafața țesăturii A se depune prin imersare, dispersia polimerică B conținând matricea polimerică (polivinilpirolidonă), alcool etilic și oxid de grafenă, urmată de uscare liberă la 18...20° C timp de 100...120 minute sau uscare la o temperatură de 100...105° C timp de 5...7 minute, ulterior pregătirii, constând în funcționalizare în mediu de plasmă cu oxigen.

Pe plan internațional, există brevetele **WO2013029094A1**, **WO2009143857A3**, **US20100244633A1**, **EP2236824A2**, **US9162896**, **CN104888853A**, **KR101973895B1**, care prezintă o serie aplicații ale oxidului de grafenă pentru realizarea materialelor compozite conductive pentru actuatori electromecanici, termoelectrice și electrochimici care reacționează la stimuli.

În cadrul cererilor de brevete **KR101182380B1** și **WO2017191887A1** este prezentată utilizarea dispersiilor polimerice pe bază de grafenă și nanotuburi de carbon pentru realizarea unor fibre compozite.

Suportul textil A 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 275...290 fire/10 cm, iar în bătătură 75...90 fire/10 cm, cu legatura pânză. Masa pe unitatea de suprafață a țesăturii A este cuprinsă între 398 și 405 g/m².

Procedeul de realizare a materialului compozit, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut A constând în tratare în plasmă RF cu oxigen, operația de imersare a țesăturii A în dispersia polimerică B pe bază de oxid de grafenă, și operația de uscare liberă la 18...20° C timp de 100...120 minute sau uscare controlată utilizând un sistem

de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...105° C, timp de 5...7 minute.

Operațiile de funcționalizare prealabilă a țesăturii A constau în tratare în mediu de plasmă cu oxigen pentru 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 substanțele din dispersia polimerică B (de exemplu: pilininilpirolidonă, oxid de grafenă) să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii, și să asigure un nivel al rezistenței de suprafață cuprinse între $10^5 \dots 10^9 \Omega$ pe suprafața țesăturii A.

Operația de funcționalizare prealabilă a țesăturii A constă în tratarea țesăturii A în plasmă cu oxigen la presiune scăzută 80...100 mTorr, putere de 50...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 200...210 sccm, timp de 3...5 minute.

Operațiile de realizare a materialului compozit constau în:

-funcționalizarea țesăturii crude A, pentru îmbunătățirea hidrofiliei suprafeței prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, la presiune scăzută 80...100 mTorr, putere de 50...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 200...210 sccm, timp de 3...5 minute.

-imersarea țesăturii A în dispersia polimerică B pe bază matrice polimerică polivinilpirolidonă și oxid de grafenă, urmată de fixare prin:

1. uscare liberă la temperatura de 18...22° C, timp de 100...120 de ore minute pentru obținerea unui compozit textil conductiv, având rezistența de suprafață $10^5 \Omega$.
2. imersare în soluție pe bază de ditionit de sodium (2...3 g/L) timp de 10...15 minute la temperatura de 40°C, urmată de clătire cu apă distilată și uscare timp de 5...7 min la temperatura de 100...105°C, prin convecție, utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice, pentru obținerea unui compozit textil antistatic, având rezistența de suprafață $10^8 \dots 10^9 \Omega$.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- prin procedeele de imersare a suportului textil A în dispersia polimerică pe bază de PVP și oxid de grafenă se pot obține electrozi flexibili pentru actuatori, senzori sau ecrane de atenuare electromagnetică.

- datorită funcționalizării în mediu de plasmă cu oxigen, țesătura crudă nefinisată A, inițial hidrofobă, devine hidrofilă și permite aderarea substanțelor din dispersia polimerică B la suprafața textilă fără a mai fi necesare procedeele clasice de finisare textilă (fierbere alcalină).

- datorită fixării termice, substanțele din dispersia B se fixează pe țesătură A și permit obținerea de suprafețe textile antistatice având valori ale rezistenței de suprafață cuprinse între $10^8 \dots 10^9 \Omega$.
- datorită uscării libere, suprafața textilă A devine electroconductivă după uscarea liberă la temperatura de $18 \dots 22^\circ \text{C}$, timp de $100 \dots 120$ minute, având valoarea rezistenței de suprafață 10^5 specifică materialelor conductive.
- datorită funcționalizării prin imersarea în dispersia polimerică pe bază de oxid de grafenă, materialul compozit poate fi utilizat la realizarea unor electrozi pentru actuatori, senzori flexibili sau a unor ecrane pentru atenuare electromagnetică.

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, dispersia polimerică obținută în principal din polivinilpirolidonă, alcool etilic și oxid de grafenă este uniformă, și conferă suportului textil A, după imersare, proprietăți electroconductive prezentând valori ale rezistenței electrice de suprafață ($10^5 \Omega$) specifice materialelor conductive, respectiv valori ale rezistenței electrice de suprafață ($10^8 \text{--} 10^9 \Omega$) specifice materialelor antistatice.

De asemenea, caracterul de noutate constă și în funcționalizarea țesăturii crude A în prealabil în plasmă cu oxigen, utilizând generatorul în MHz sau kHz, pentru îmbunătățirea hidrofiliei și capacității de absorbție a substanțelor polimerice, dar și în realizarea materialului compozit electroconductiv prin imersarea țesăturii A în dispersia polimerică B pe baza de oxid de grafenă.

REVENDICĂRI

1. Compoziția dispersiei polimerice B se **caracterizează prin aceea că** este obținută din 0.2...1% oxid de grafenă, 0.3...1% polivinilpirolidonă (PVP) și 99.5...98% alcool etilic.
2. Procedeul de obținere a a dispersiei polimerice B cu conținut de oxid de grafenă **conform revendicării 1**, constă în aceea că dispersia este obținută pe baza solubilizării polivinilpirolidonei (PVP) în alcool etilic 99%, timp de 10...15 minute în baia de ultrasonare, urmată de adăugarea oxidului de grafenă (GO) și ultrasonare timp de 1 ora la temperatura de 30...35° C și la puterea de 280 W.
3. Tesătura crudă A se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizată prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, la presiune scăzută 80...100 mTorr, putere de 50...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 200...210 sccm, timp de 3...5 minute.
4. Compozitul textil cu proprietăți electroconductive se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin imersarea tesaturii A în dispersia polimerică B pe baza de oxid de grafenă, având compoziția **conform revendicării 1** și fiind obținută **conform revendicării 2**, prin și fixare prin uscare liberă la 18...20° C timp de 100...120 minute sau uscare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...105° C, timp de 5...7 minute, ulterior funcționalizării în mediu de plasma cu oxigen.
5. Compozitul textil funcționalizat **conform revendicărilor 3 și 4**, prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen și imersare în dispersia polimerică pe baza de oxid de grafenă cu proprietăți electroconductive, se **caracterizează prin aceea că** procedeele de funcționalizare conduc la obținerea unei suprafețe cu proprietăți electroconductive având rezistențe electrică de suprafață de $10^5 \Omega$, respectiv $10^8 - 10^9 \Omega$ și este destinat realizării electrozilor pentru actuatori, senzori flexibili, ecranelor pentru atenuarea electromagnetică, și altor aplicații tehnice pentru electronica sau pentru textile inteligente.

FIGURI

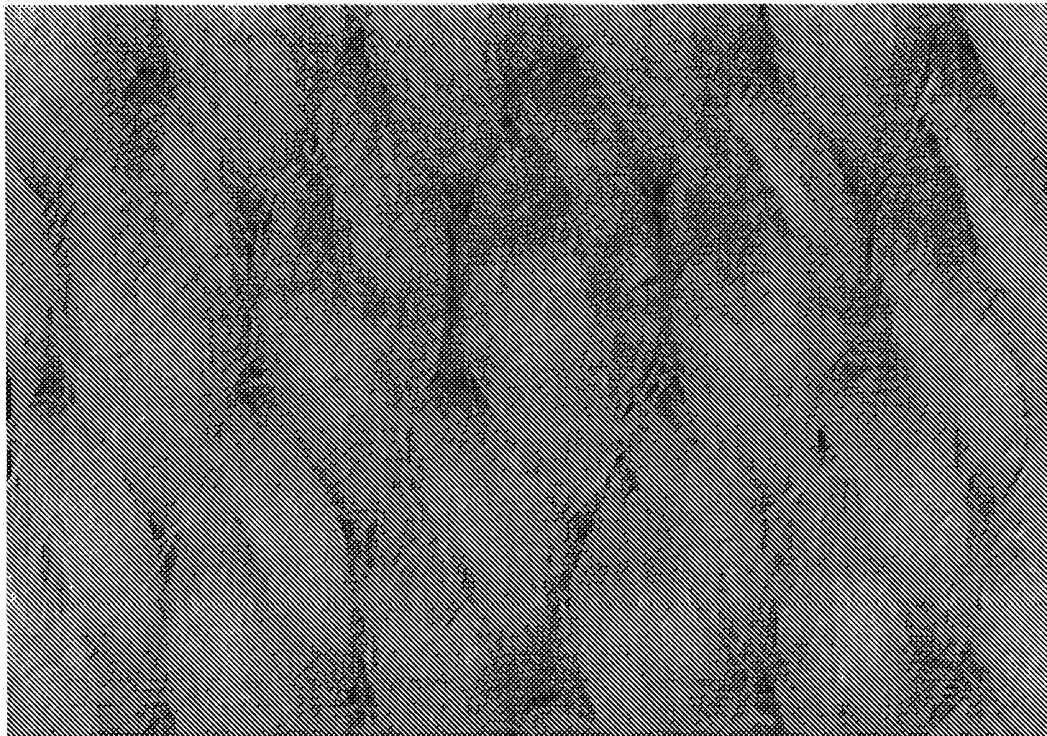


Figura 1. Suport textil țesut A funcționalizat în plasma cu oxigen. Analiza suprafeței prin microscopie digitală

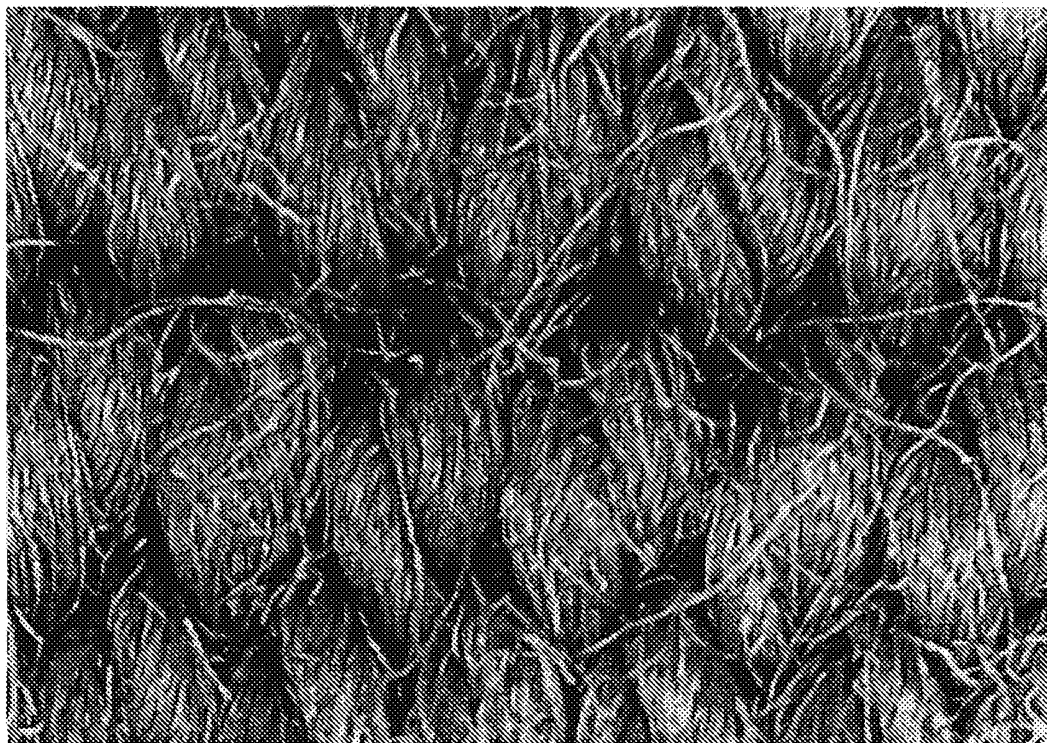


Figura 2. Compozit funcționalizat prin imersarea țesăturii A în dispersia polimerică B pe bază de oxid de grafenă. Analiza suprafeței prin microscopie digitală