



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00284**

(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) **COMPOZIT TEXTIL MULTISTRATIFICAT PENTRU ECRANARE ELECTROMAGNETICĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un compozit textil multistratificat pe bază de filme polimerice cu proprietăți electroconductive și microparticule de Cu, Al sau Ni, destinat realizării ecranelor electromagnetice pentru aplicații tehnice în domeniul electronicii sau pentru textile inteligente și la un procedeu de realizare a acestuia. Compozitul textil conform invenției este funcționalizat prin depunerea filmelor polimerice (B) sau (C) pe suprafața țesăturii (A), realizată prin țesere din fire de bumbac și pregătită prin fierbere, albire și clătiri succesive, prin procedeul ultrasonării timp de 20...30 min., urmată de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire cu rezistențe electrice, la o temperatură cuprinsă între 100...105°C timp de 1...3 min., peliculele electroconductive fiind obținute după cum urmează:

1) filmul electroconductiv (B) este obținut dintr-o soluție cu conținut de 8...10% PVA, 81...84% apă distilată, 8...9% microparticule de Cu cu dimen-

siunea de 10...25 μm și microparticule de Ni sau Al cu dimensiuni $< 150 \mu\text{m}$ și

2) filmul electroconductiv (C) este obținut dintr-o soluție cu conținut de 1...2% PVP, 90...94% etanol și 5...8% microparticule de Ni sau Al, pelicula polimerică (B) fiind obținută prin amestecarea cu un agitator mecanic timp de 3...5 min. a microparticulelor de Cu, Al sau Ni cu soluție pe bază de apă distilată și alcool polivinilic urmată de amestecarea magnetică timp de 40...60 min. la o temperatură de 80...88°C, iar pelicula polimerică (C) este obținută prin amestecarea cu un agitator mecanic timp de 2...3 min. a microparticulelor de Ni sau Al, etanol și PVP.

Revendicări: 5
Figuri: 2



DESCRIERE

Compozit textil multistratificat pentru ecranare electromagnetică

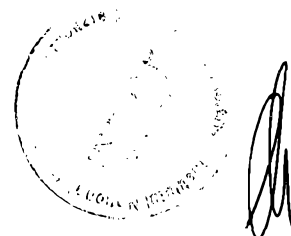
Invenția se referă la un procedeu de realizare și compoziția chimică a unor filme polimerice cu proprietăți electroconductive pe bază de microparticule de Cu, Al sau Ni destinate realizării de ecrane electromagnetice, aplicații tehnice pentru electronică sau pentru textile inteligente. Materialul compozit este obținut în două etape:

1. Depunerea unui film polimeric B (pe bază de microparticule de Cu, Al sau Ni) pe țesătura A din bumbac 100% prin procedeul peliculizării, imprimării directe sau serigrafiei rezultând suprafața A1 funcționalizată;
2. Depunerea unui film polimeric C (pe bază de microparticule de Ni sau Al) prin ultrasonare pe suprafața țesăturii A1.

Astfel, pe țesătura A se depune un film polimeric B conținând matricea polimerică PVA și microparticule de Cu, Al sau Ni prin peliculizare, imprimare directă sau serigrafie, urmată de reticulare la 140-160° C și rezultând țesătura funcționalizată A1. Pe țesătura funcționalizată A1 se depune un film polimeric C conținând matricea polimerică PVP, etanol și microparticule de Ni sau Al, urmată de reticulare la temperatura de 100...105° C, ulterior pregătirii, constând în fierbere-albire și clătiri successive.

Cercetările științifice în domeniul studiului ecranării electromagnetice indică frecvent utilizarea metalelor cum ar fi nichelu, cupru și aluminiu pentru realizarea ecranelor electromagnetice. De asemenea, se poate remarca un interes crescut în realizarea ecranelor electromagnetice utilizând matrici polimerice pe bază de metacrilati cu conținut de cupru și nichel [1], matrici polimerice pe bază carbura de siliciu [2, 3], compozite pe bază de fire din cupru, nichel sau inox [4, 5, 6, 7, 8]. Utilizarea compozitelor pe bază de siliciu, Ni, Cu sau nanotuburi de carbon este o abordare prezentată în câteva lucrări științifice privind eficiența atenuării electromagnetice [9, 10].

La nivel mondial există brevetele CN1268803C, US20070056769A1, WO1996010901A1, US4759950A, US7589284B2, US9049777B2 și US9273380B2 care prezintă invenții de materiale compozite pe bază de nichel, aluminiu, nanotuburi de carbon sau cupru sub formă de micro/nanoparticule înglobate în matrici polimerice, materiale monofazate pe bază de aluminiu/carbon și nanofibre metalice (Cu, Ni) pentru ecranarea electromagnetică [11, 12, 13, 14].



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 285...295 fire/10 cm, iar în bătătură 90...100 fire/10 cm, cu legatura pânză. Masa pe unitatea de suprafață a țesăturii A este cuprinsă între 475 și 480 g/m².

Procedul de realizare a materialului compozit, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut A constând în curățare alcalină și albire, operația de depunere a filmului polimeric electroconductiv B pe țesătura A prin procedeul peliculizării, imprimării directe sau serigrafiei urmat de reticulare la 140...160° C, urmat de depunerea filmului polimeric C prin procedeul ultrasonării pe țesătura funcționalizată A1 și operația de reticulare la temperatură de 100...105° C.

Operația de pregătire a țesăturii A 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 A 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 A să devină o suprafață de contact stabilă și curățată în profunzime, la care filmul polimeric B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule (cupru, aluminiu sau nichel) să adere. Filmul polimeric C, pe bază de microparticule de Ni sau Al este depus pe țesătura funcționalizată anterior (A1), în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii și care să asigure un nivel al rezistenței electrice de suprafață cuprinse între 10²...10³ Ω pe suprafața țesăturii A1 la depunerea peliculei polimerice C.

Operația de realizare a materialului compozit constă în:

-obținerea țesăturii A1 funcționalizată prin depunerea filmului polimeric electroconductiv B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de cupru, aluminiu sau nichel, urmată de



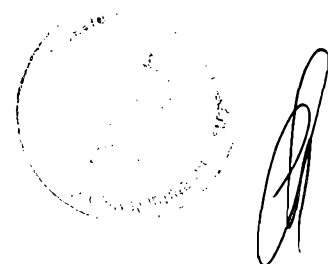
reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 140...160 °C, timp de 1...3 minute;

-depunerea filmului polimeric electroconductiv C, pe bază de matrice polimerică PVP, etanol și microparticule de Ni sau Al, prin procedeul ultrasonării pe țesătura A1, urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...105 °C, timp de 1...3 minute.

Obținerea filmului electroconductiv B pe bază de matrice polimerică PVA cu conținut de microparticule de cupru, aluminiu sau nichel (figura 1) sau a filmului electroconductiv C pe bază de matrice polimerică PVP cu conținut de microparticule de Ni sau Al (figura 2), se realizează prin reticulare la temperaturi de 140-160 °C, respectiv de 105...155 °C, timp de 1...3 minute, prin convecție, de preferință utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

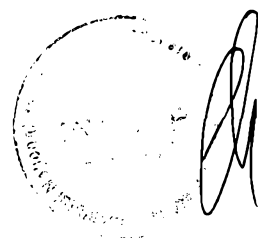
- prin procedeele de peliculizare, imprimare directă, serigrafie sau ultrasonare se pot obține suprafețe conductive pentru ecrane electromagnetice, aplicații tehnice pentru electronică sau pentru textile inteligente;
- datorită reticulării termice, filmele conductive B și C se fixează pe țesătura A sau A1 și permite obținerea de suprafețe cu proprietăți electroconductive pentru realizarea de ecrane electromagnetice cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între $10^2 \dots 10^3 \Omega$.
- datorită filmului polimeric B pe bază de matrice polimerică alcool polivinilic (PVA) cu conținut de microparticule de cupru, aluminiu sau nichel (Ni), suprafața textilă devine conductivă sau semiconductivă după reticularea la temperatura de 140...160 °C timp de 1...3 minute. Valorile pentru rezistența de suprafață sunt între 10^2 - $10^3 \Omega$ pentru filmul polimeric B pe bază de microparticule de Ni, respectiv de 10^5 - $10^7 \Omega$ pentru filmul polimeric B pe bază de microparticule de Cu sau Al.
- datorită filmului polimeric C pe bază de matrice polimerică polivinilpirolidona (PVP) cu conținut de microparticule de nichel (Ni) sau aluminiu (Al), suprafața textilă devine electroconductivă după reticularea la temperatura de 100...105 °C timp de 1...3 minute. Valorile pentru rezistența de suprafață sunt între 10^2 - $10^3 \Omega$ pentru filmul polimeric C pe bază de microparticule de Ni sau Al.
- datorită conținutului de microparticule de nichel, cupru sau aluminiu, materialul compozit poate fi utilizat la realizarea unor ecrane electromagnetice, electrozi sau textile inteligente.



-datorită filmelor polimerice B și C, pe bază de matrice polimerică PVA, respectiv PVP și microparticule de Cu, Al sau Ni, depuse prin peliculizare, imprimare directă sau serigrafie, respectiv ultrasonare și reticulate pe suprafața țesăturii A, respectiv pe suprafața funcționalizată a țesăturii (A1), se obține un compozit cu rezistența electrică de suprafață între $10^2 - 10^3 \Omega$.

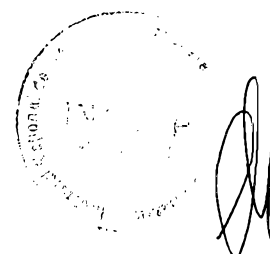
Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, filmele polimerice B și C obținute pe bază de matrice polimerică PVA, respectiv PVP și microparticule de Cu, Al sau Ni, sunt hidrofile, aderente la suprafața țesăturii A, respectiv A1 și reticulează la $140-160^\circ \text{C}$, respectiv $100-105^\circ \text{C}$, după 1...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 filmelor polimerice conductive B și C pe bază de matrice polimerică PVA, respectiv PVP și microparticule de Cu, Al sau Ni, depuse prin peliculizare, imprimare directă sau serigrafie, respectiv ultrasonare pe suprafața țesăturii A, respectiv A1.



Bibliografie

1. Li, J., Wang, A., Qin, J., Zhang, H., Ma, Z., & Zhang, G. (2021). Lightweight polymethacrylimide@ copper/nickel composite foams for electromagnetic shielding and monopole antennas. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 140, 106144.
2. Tugirumubano, A., Vijay, S. J., Go, S. H., Kwac, L. K., & Kim, H. G. (2019). Characterization of electromagnetic interference shielding composed of carbon fibers reinforced plastics and metal wire mesh based composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(1), 167-172.
3. Shahzad, F., Alhabeb, M., Hatter, C. B., Anasori, B., Hong, S. M., Koo, C. M., & Gogotsi, Y. (2016). Electromagnetic interference shielding with 2D transition metal carbides (MXenes). *Science*, 353(6304), 1137-1140.
4. Jang, J. M., Lee, H. S., & Singh, J. K. (2020). Electromagnetic Shielding Performance of Different Metallic Coatings Deposited by Arc Thermal Spray Process. *Materials*, 13(24), 5776.
5. Geetha, S., Satheesh Kumar, K. K., Rao, C. R., Vijayan, M., & Trivedi, D. C. (2009). EMI shielding: Methods and materials—A review. *Journal of applied polymer science*, 112(4), 2073-2086.
6. Vaid, K., Rathore, D., & Dwivedi, U. K. (2020). Electromagnetic interference of nickel ferrite and copper ferrite filled low-density polyethylene composite. *Journal of Composite Materials*, 54(30), 4799-4806.
7. Palanisamy, S., Tunakova, V., Hu, S., Yang, T., Kremenakova, D., Venkataraman, M., ... & Militky, J. (2021). Electromagnetic Interference Shielding of Metal Coated Ultrathin Nonwoven Fabrics and Their Factorial Design. *Polymers*, 13(4), 484.
8. Chung, D. D. L. (2001). Electromagnetic interference shielding effectiveness of carbon materials. *carbon*, 39(2), 279-285.
9. Li, R., Wang, S., Bai, P., Fan, B., Zhao, B., & Zhang, R. (2021). Enhancement of electromagnetic interference shielding from the synergism between Cu@ Ni nanorods and carbon materials in flexible composite films. *Materials Advances*, 2(2), 718-727.
10. Chiguma, J., & Jones Jr, W. E. (2018). Template-Free Synthesis of Aligned Polyaniline Nanorods/Tubes and Copper/Copper Hydroxide Nanowires for Application as Fillers in Polymer Nanocomposites. *Advances in Materials Physics and Chemistry*, 8(01), 71.
11. Nickel-copper composite metal textile and preparation method thereof , CN1268803C, 2006
12. Shah, T. K., Alberding, M. R., & Malecki, H. C. (2016). U.S. Patent No. 9,241,433. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
13. Shugart, J. V., Scherer, R. C., & Penn, R. L. (2016). U.S. Patent No. 9,273,380. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
14. Marra, R. A., Bray, D. J., Graddy Jr, G. E., & Ray, S. P. (2001). U.S. Patent No. 6,309,994. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.



REVENDICĂRI

1. Compoziția filmului polimeric B se **caracterizează prin aceea că** este obținut dintr-o soluție cu conținut 8...10% PVA, 84...81% apă distilată, 8...9% microparticule de Cu cu dimensiunea de 10-25 μm , Ni cu dimensiuni mai mici de 150 μm sau Al.
2. Compoziția filmului polimeric C se **caracterizează prin aceea că** este obținut dintr-o soluție cu conținut de 1...2% PVP, 94...90% etanol, 5...8% microparticule de Ni sau Al.
3. Procedul de obținere a filmului electroconductiv B pe bază de matrice polimerică PVA cu conținut de microparticule metalice (cupru, aluminium sau nichel) **conform revendicării 1**, constă în aceea că filmul polimeric B este obținut prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp de 3...5 minute a următoarelor componente: microparticule de Cu, Al sau Ni, soluție de alcool polivinilic și apă distilată amestecate magnetic timp de 40...60 minute la temperatura de 80...88° C.
4. Procedul de obținere a filmului electroconductiv C pe bază de matrice polimerică PVP cu conținut de microparticule metalice (nichel sau aluminiu) **conform revendicării 2**, constă în aceea că filmul polimeric C este obținut prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp de 2...3 minute a următoarelor componente: microparticule de Ni sau Al, etanol și PVP.
5. Compozitul textil funcționalizat prin depunerea filmelor polimerice B și C cu proprietăți conductive se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin aplicarea filmelor polimerice conductive B și C pe suprafața țesăturii A, respectiv A1, având compoziția **conform revendicării 1 și revendicării 2** și fiind obținute **conform revendicării 3 și revendicării 4**, prin procedeul peliculizării, imprimării directe sau serigrafiei pe suprafața țesăturii A urmată de reticulare la temperatura de 140...160 ° C timp de 1...3 minute, respectiv ultrasonării timp de 20...30 de minute pe suprafața țesăturii funcționalizate A1 urmată de reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la temperatura de 100...105° C, timp de 1...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 destinată realizării ecranelor electromagnetice, aplicațiilor tehnice pentru electronică sau pentru textile inteligente.



FIGURI

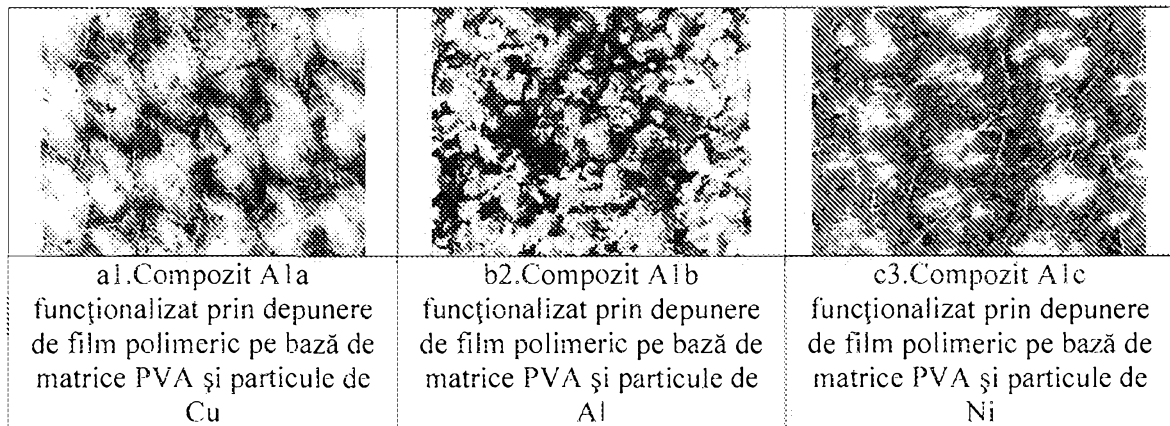


Figura 1. Compozit funcționalizat prin depunere filmului polimeric B, pe bază de matrice polimerică PVA și microparticule de Cu, Al sau Ni, pe suportul textil A. Analiza suprafeței prin microscopiei digitală

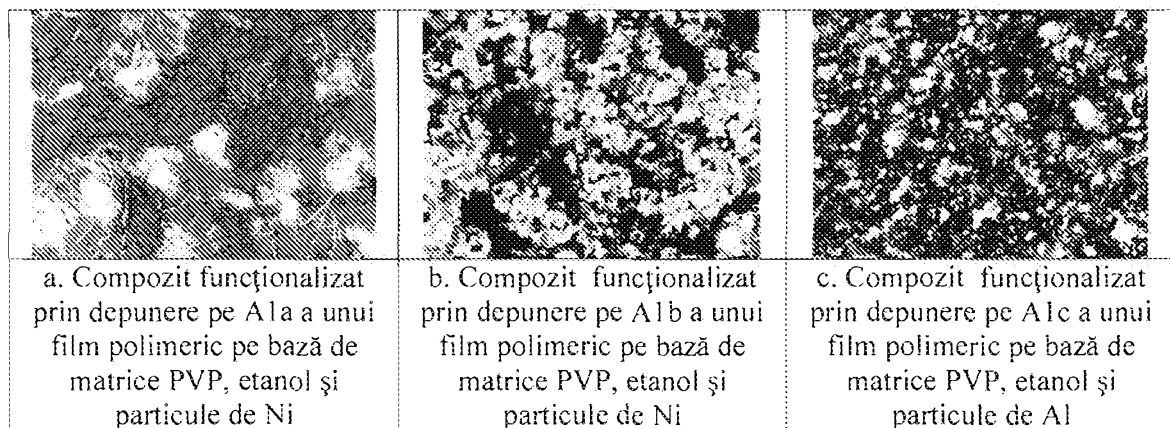


Figura 2. Compozit funcționalizat prin depunere filmului polimeric C, pe bază de matrice polimerică PVP și microparticule de Ni sau Al, pe suportul textil A1. Analiza suprafeței prin microscopiei digitală

