



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2020 00527

(22) Data de depozit: 21/08/2020

(41) Data publicării cererii:
30/03/2022 BOPI nr. 3/2022

(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. AUREL BOTEA,
NR. 9, BL. B5, SC. 1, AP. 15, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• SOARE VASILE, STR. BACIULUI NR. 14,
BL. 9, SC. 3, ET. 4, AP. 60, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) COMPOZIT ELECTROCONDUCTIV PE BAZĂ
DE MICROPARTICULE DE NICHEL PENTRU ELECTROZI,
SENZORI ȘI ECRANE ELECTROMAGNETICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui compozit electroconductiv pentru realizarea unor electrozi textili, senzori sau ecrane pentru atenuare electromagnetică. Procedeu, conform invenției, constă în etapele de realizarea unui suport textil din 100% fire de bumbac în urzeală și bătătură, funcționalizarea suportului țesut prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, la o presiune de 100...200 mTorr, putere de 100...200 W, la o frecvență de 13,56MHz, timp de 2...6 min, depunerea unei paste polimerice electroconductive pe bază de

microparticule de Ni și soluție de alcool polivinilic prin metoda peliculizării, raclării imprimării pe suprafața textilă, reticularea controlată utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 150...170°C, timp de 2...5 min, din care rezultă un material compozit electroconductiv având o rezistență de suprafață de $10^1 \dots 10^3 \Omega$.

Revendicări: 5
Figuri: 2



DESCRIEREA

Compozit electroconductiv pe bază microparticule de nichel pentru electrozi, senzori și ecrane electromagnetice

Invenția se referă la un procedeu de funcționalizare a țesăturii C1, de realizare a compozitului electroconductiv și compoziția chimică a unei paste polimerice electroconductive pe bază de microparticule de Ni destinate realizării electrozilor textili, senzorilor sau ecranelor pentru atenuare electromagnetică pentru aplicații tehnice pentru electronică, domeniul medical sau pentru textile inteligente. Materialul compozit este obținut prin funcționalizare în mediu de plasmă cu oxigen a țesăturii C1 și pe baza unei pelicule polimerice C2 (pe bază de microparticule de Ni) care este depusă pe suprafața țesăturii funcționalizate din bumbac 100% prin procedeul peliculizării, raclării, respectiv prin procedeul imprimării directe. Astfel, pe suprafața țesăturii C1 se depune prin peliculizare, raclare sau imprimare o pastă polimerică C2 conținând un produs polimeric aderent peliculogen (alcool polivinilic), acetat de etil, alcool etilic, acetonă și microparticule de nichel cu dimensiuni mai mici de 150 μm , urmată de reticulare la temperatura de 150...170 $^{\circ}\text{C}$, ulterior pregătirii, constând în funcționalizare în mediu de plasmă cu oxigen.

La nivel mondial există brevetele **WO2008102408A1**, **US3870610A**, **EP0603784B1**, care prezintă invenții privind metodele de lucru în plasmă atmosferică sau de tratare a materialelor textile în plasmă de presiune joasă utilizând o presiune de lucru mai mică de 100 Torr, precum și utilizarea concomitentă a două tipuri de gaze (de exemplu argon cu heliu sau hidrogen).

În cadrul cererii de brevet **EP2397577B1/2013** sunt prezentate metode de metalizare a materialelor textile prin electrodepunere a unor straturi succesive de nichel, urmate de cupru sau argint. De asemenea, cererea de brevet **US4341823A** prezintă o metodă de fabricare a compozitelor armate cu fibre ceramice sau de grafit.

Suportul textil C1 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 bățatură fire cu densitatea de lungime 50x3 tex, din 100% fibre de bumbac cu desimea în urzeală 270...290 fire/10 cm, iar în bățatură 100...120 fire/10 cm, cu legătura diagonal 3/1. Masa pe unitatea de suprafață a țesăturii C1 este cuprinsă între 500 și 540 g/m^2 .

Procedeul de realizare a materialului compozit, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut constând în tratare în plasmă RF cu oxigen, operația de



[Handwritten signature]

depunere a pastei polimerice electroconductive C2 prin procedeul peliculizării, raclării sau imprimării pe țesătura C1 și operația de reticulare la temperatură de 150...170 °C.

Operațiile de funcționalizare prealabilă a suportului țesut C1 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 pasta electroconductivă (C2), conținând substanțe polimere peliculogene (de exemplu: alcool polivinilic) și microparticule de nichel să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii, și să asigure un nivel al rezistenței de suprafață cuprinse între $10^2 \dots 10^3 \Omega$ pe suprafața țesăturii C1.

Operația de funcționalizare prealabilă a țesăturii C1 constă în tratarea țesăturii C1 în plasmă cu oxigen la presiune scăzută 100...200 mTorr, putere de 100...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 170...200 sccm, timp de 2...6 minute.

Operațiile de realizare a materialului compozit constau în:

-funcționalizarea suprafeței textile C1 pentru îmbunătățirea hidrofiliei suprafeței prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, la presiune scăzută 100...200 mTorr, putere de 100...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 170...200 sccm, timp de 2...6 minute.

-depunerea pastei polimerice electroconductive C2 pe bază de microparticule metalice de nichel (Ni), cu dimensiuni mai mici de 150 μm și soluție de alcool polivinilic (PVA) prin procedeul peliculizării, raclării sau imprimării pe țesătura C1, urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 150...170 °C, timp de 2...5 minute.

Fixarea peliculei electroconductive din pasta polimerică C2 cu conținut de microparticule de nichel (figura 1) se realizează prin reticulare la temperaturi de 150...170 °C, timp de 2...5 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, raclare sau imprimare directă se pot obține electrozi flexibili de suprafață pentru senzori sau ecrane electromagnetice;
- datorită funcționalizării în mediu de plasmă cu oxigen, suprafața textilă, inițial hidrofobă, devine hidrofilă și permite aderența pastei polimerice la suprafața textilă fără a mai fi necesare procedeele clasice de finisare textilă (fierbere alcalină).



- datorită reticulării termice, suprafața electroconductivă realizată se fixează pe țesătură și permite obținerea de electrozi textili cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între 10^1 ... $10^3 \Omega$.
- datorită peliculei polimerice C2 pe bază de alcool polivinilic cu conținut de microparticule de nichel (Ni), suprafața textilă devine electroconductivă după reticularea la temperatura de 150...170 °C timp de 2..5 minute.
- datorită dopării cu microparticule de nichel cu dimensiuni $< 150 \mu\text{m}$, materialul compozit poate fi utilizat la realizarea unor electrozi de suprafață pentru senzori flexibili sau a unor ecrane pentru atenuare electromagnetică deoarece nichelul nu ridică probleme de compatibilitate electromagnetică (CEM).
- datorită peliculei polimerice C2 pe bază de Ni cu rezistența electrică de suprafață între 1×10^1 - $1,1 \times 10^3 \Omega$ depusă prin peliculizare, raclare sau imprimare directă pe fața țesăturii C1, se obține un compozit cu proprietăți electroconductive.

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, pelicula polimerică C2 obținută în principal din alcool polivinilic, acetat de etil, alcool etilic, acetonă și microparticule de Ni este uniformă, hidrofilă, aderentă la suprafața țesăturii și reticulează la 150-170 °C după 2...5 minute, prezentând valori mici ale rezistenței electrice de suprafață reduse ($10^3 \Omega$), caracteristice conductorilor electrici.

De asemenea, caracterul de noutate constă și în funcționalizarea suportului textil C1 în prealabil în plasmă cu oxigen, utilizând generatorul în MHz sau în kHz, pentru îmbunătățirea hidrofiliei și capacității de absorbție a substanțelor polimerice, dar și în realizarea materialului compozit electroconductiv prin raclare, peliculizare sau imprimare directă pe suprafața țesăturii C1.



REVENDICĂRI

1. Compoziția pastei polimerice C2 **se caracterizează prin aceea că** este obținută din 50...60 % soluție de alcool polivinilic de concentrație 99%, 30...20% microparticule de Ni cu dimensiuni mai mici de 150 μm , 15...10% alcool etilic, 2...5% acetat de etil, 3...5% acetonă.
2. Procedul de obținere a pastei electroconductive C2 cu conținut de microparticule metalice (nichel) **conform revendicării 1**, constă în aceea că pasta este obținută prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp la 3...5 minute a următoarelor componente: microparticule de nichel, acetat de etil, acetonă, acid etilic, și soluție de alcool polivinilic pe bază de apă distilată, amestecată magnetic timp de 20...30 minute la temperatura de 80...90° C.
3. Tesătura C1 hidrofilă **se caracterizează prin aceea că** este funcționalizată prin tratare în mediu de plasmă cu oxigen, la presiune scăzută 100...200 mTorr, putere de 100...200 W, utilizând un generator RF1 la frecvența de 13.56 MHz sau generatorul RF2 la frecvența de 40 kHz, debit de gaz 170...200 sccm, timp de 2...6 minute.
4. Compozitul textil funcționalizat prin depuneri polimerice electroconductive cu proprietăți conductive **se caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin aplicarea pastei polimerice electroconductive C2 pe suprafața țesăturii C1, având compoziția **conform revendicării 1** și fiind obținută **conform revendicării 2**, prin procedeul peliculizării, raclării sau imprimării directe pe suprafața C1 și reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la temperatura de 150...170 °C, timp de 2...5 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 depuneri de pelicule polimerice electroconductive cu proprietăți electroconductive, **conform revendicărilor 1, 2, 3 și 4**, **se caracterizează prin aceea că** procedeele de funcționalizare conduc la obținerea unei suprafețe conductive având rezistența electrică de suprafață de $10^3 \Omega$, fiind destinat realizării electrozilor pentru senzori flexibili, ecranelor pentru atenuarea electromagnetică, și altor aplicații tehnice pentru electronică, electrotehnică, domeniul medical sau pentru textile inteligente.



FIGURI

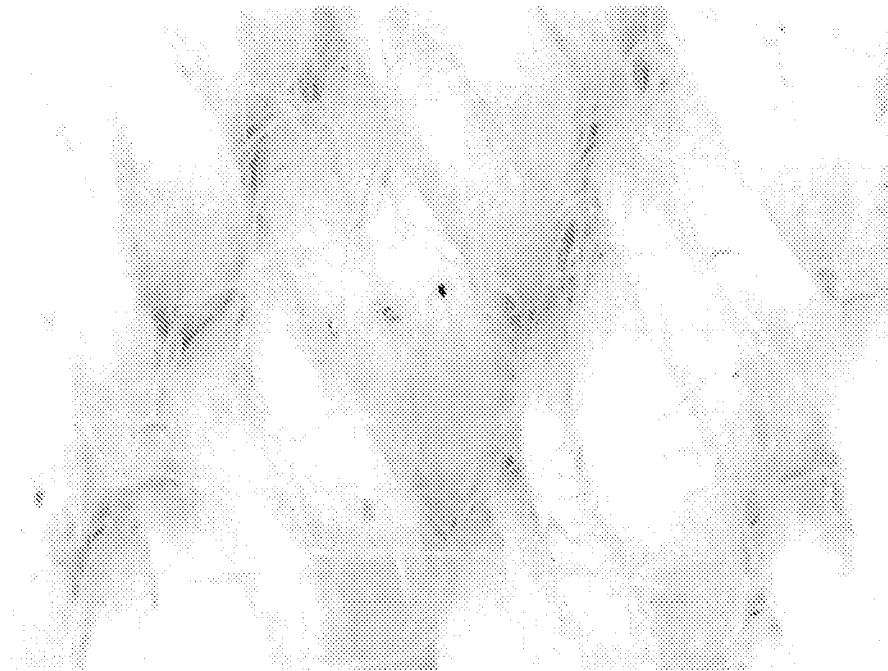


Figura 1. Suprafata textila C1 functionalizata in plasma cu oxigen. Analiza suprafetei prin microscopiei optica

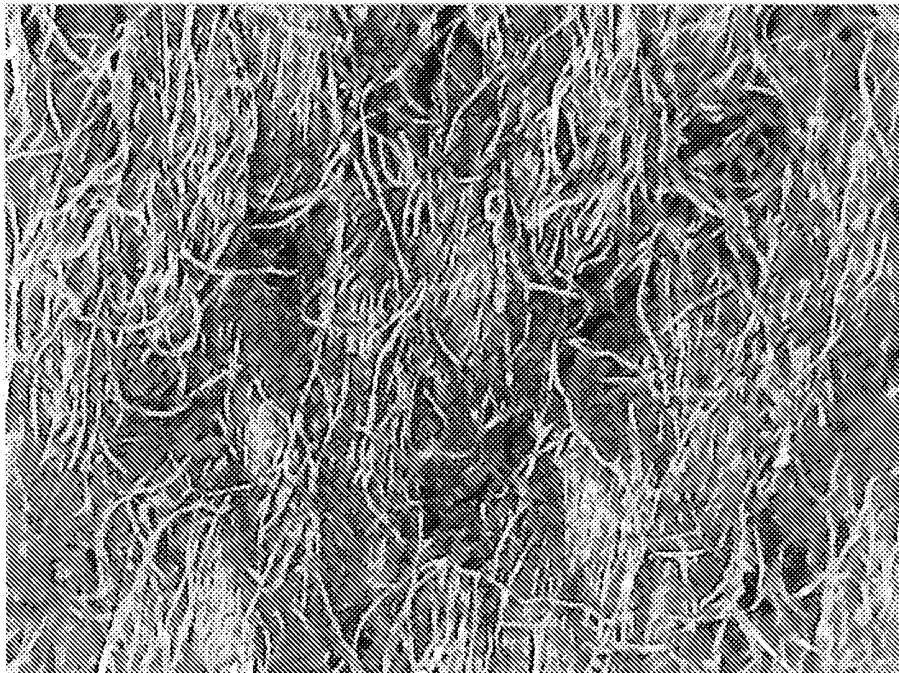


Figura 2. Compozit functionalizat prin depunere de pasta polimerica C2, pe baza de nichel, pe suportul textil C1. Analiza suprafetei prin microscopiei optica