



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 01060**

(22) Data de depozit: **08/12/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2018 BOPI nr. **8/2018**

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• DECOBOX INTERNATIONAL S.R.L.,
STR.VINTILĂ MIHĂILESCU NR.16, BL.70,
ET.4, AP.81, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO

(72) Inventatori:
• ION RODICA MARIANA, STR. VOILA
NR. 3, BL. 59, SC.3, AP. 36, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• ION NELU, STR. VOILA NR. 3 BL. 59 ET. 1
SC. 3 AP. 36, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B,
RO;
• STOICA LILIANA-ȘTEFANIA,
STR.VINTILĂ MIHĂILESCU NR.16, BL.70,
ET.4, AP.81, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO

(54) AGENT DE MĂTUIRE A VOPSELELOR ACRILICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un agent de mătuire pentru vopsele acrilice mate, colorate, solubile în apă, și la un procedeu de obținere a acestuia, cu aplicații în domeniul acoperirilor arhitecturale. Agentul, conform inventiei, este de tip halloisit, sub formă de nanotuburi modificate chimic în mediu acid. Procedeul, conform inventiei, constă în măruntirea particulelor de halloisit într-o moară cu bile la o turătie de 3000...4000 rot/min, până la dimensiunea de 10...50 nm, se introduc într-un vas

conținând apă distilată într-un raport masic de 1: 2, sub agitare magnetică timp de 4 h, după care, peste suspensia omogenă rezultată, se adaugă prin picurare o soluție 1M de acid sulfuric, cu agitare lentă, la pH 2, iar dispersia instabilă de halloisit conduce la agregarea nanotuburilor de halloisit în pachete mari și cu pori interioiri blocați, rezultând agentul de mătuire.

Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



OFFICIAL DE STAT PENTRU INVENTII SI MARCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2017 01060
Data depozit 08 -12-2017

24

AGENT DE MATUIRE A VOPSELELOR ACRILICE

Prezenta invenție se referă la un agent de mătuire pentru o vopsea acrilica solubilă în apă, în special pentru vopsele mate colorate solubile în apă și o metodă de preparare a acestuia, cu aplicații în domeniul acoperirilor arhitecturale sau creații ale artiștilor plastici. Având în vedere că fenomenul de stralucire este considerat unul dintre cauzele care au condus la modificări ale culorii originale a mai multor opere de artă aparținând unor artiști (pictori) celebri sau mai puțin celebri, iar opera de artă nu se mai prezinta în tonalitatea calda, normală, fiind necesar ca opera de artă prin coloritul ei să fie de o nuanta mată. Vopselele acrilice sunt utilizate pe scară largă în tehnica picturii deoarece ele generează filme de mare claritate și elasticitate, ușor de manipulat, cu aplicare directă pe suporturi, uscare rapidă, cu posibilitatea de diluare cu apă. Pentru finisarea lemnului se aplică straturi de vopsele, grunduri și lacuri, în scop de protecție a suprafetei acoperite dar și pentru estetica lucrării. Pelicula obținută îmbunătățește rezistența suprafețelor din lemn la loviri, pătări și zgârieri. Vopselele acrilice sunt apreciate pentru intensitatea culorii, timpul rapid de uscare și solubilitate ridicată. Cu toate acestea, vopsea ușoară prezintă o anumită oboseală vizuală a oamenilor la contactul pentru o perioadă îndelungată cu aceasta, iar culoarea mată este similară cu aspectul moale, neted, și acopera într-o anumită măsură defectele de acoperire de suprafață și depășesc deficiențele materialelor lucioase. Din acest motiv materialele mate pe bază de apă cu costuri reduse, devin materiale necesare și utile pentru aplicarea lor. În anumite aplicații, se dorește obținerea unei suprafete fără reflexia luminii sau chiar transformarea unei suprafețe lucioase într-o mată. Sistemul de mătuire are două căi: una prin acoperirea directă a finisajului mat, cealaltă metodă este de a aplica o acoperire mată pe suprafața vopselei lucioase. Un bun agent de mătuire trebuie să îndeplinească urmatoarele condiții: să aibă un parametru de luciu cu valori cuprinse în intervalul 30-60%, să aiba proprietăți anti-imbatranire, influență redusa a reologiei, să nu afecteze curgerea vopselei acrilice în care se adaugă, de asemenea să fie compatibil cu toate vopselele acrilice fără a le modifica parametrii cromatici ai acestora.

Cererea de brevet de invenție nr. 201310124764.7 prezintă o vopsea apoasă de acoperire caracterizată prin aceea că conține un primer și un strat de acoperire. Procentele în greutate ale componentelor primului sunt după cum urmează: răsină epoxidică cationică dispersabilă în apă



Arion

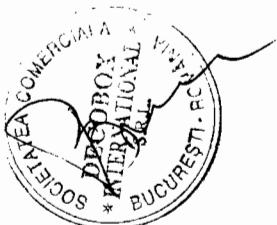
40-95% 0,1-0,4% bactericid pe bază de apă, 0,03-0,2% agent de degradare pe bază de apă, 0-10% apă pe bază de pastă de culoare și echilibru de apă. Procentul de greutate al fiecărei componente a stratului superior este după cum urmează: 30-45% apă, 0,05-0,3% auxiliar multifuncțional, 0,2-0,4% dispersant apos, 0,1-0,2% agent de umectare apoasă, 0,05-0,4% pe bază de apă pe bază de apă, 8-15% pulbere mată pe bază de apă, 0-20% dioxid de titan, 27-45% emulsie acrilică cu auto-reticulare la temperatura camerei, 0,6-1,5% dipropilen glicol butil eter, 0,4% bactericid apos, 0-10% pastă de culoare apoasă și balanță de apă. Dezavantajul acestei inventii constă în complexitatea vopselei, cost ridicat și dificultati în obținerea acestui tip de vopsea.

Brevetul de invenție chinezesc 201010587283.6 prezintă un lac mat pe bază de apă și o metodă de preparare a acestuia. Formula cuprinde următoarele componente în procente masice: 30-60% emulsie acrilică apoasă, 30% emulsie poliuretanică alifatică pe bază de apă, 3 - 10% film, 0,01-2% agent de dezinfecție, 0,01 până la 2% dispersant, 0,1 până la 5% agent de matuire, 0,01 - 2% agenți auxiliari, 0,01 până la 2% agent de îngroșare, 0,01 - 2% dintr-un agent de reticulare și 5 - 40% apă. Dezavantajul inventiei complexitatea lacului.

Cererea de brevet de invenție nr. 201310328761.5 prezintă o acoperire pe baza de argint, conținând 60% în greutate până la 85% în greutate poliuretan apos, 10% - 30% în greutate apă deionizată, 1% - 4% wt% aluminiu, 0,5% - 1,5% în greutate agent de umectare și dispersare și 1,0% - 3,0% conservant în greutate.

Cererea de brevet nr. 201510573666.0 din China dezvăluie o finisare mată specială de vopsea în formă de zid de nisip, invenția constă din următoarele componente și părți raport greutate preparate: 43-53 părți apă, 0,2-0,4 părți dispersant, 0,1-0,3 părți de conservant bactericid, 0,2-0,4 părți agent rezistent la minereuri, 0,3-0,5 părți atapulgite, 0,4-0,6 părți auxiliar multifuncțional pe bază de apă, 0,1-0,3 părți agent de deformare, 1-2 părți pulbere de extincție, 0,6-1 părți de diol, 2-3 părți de film auxiliar de formare, 40-50 părți de emulsie acrilică pură și 0,6-1,2 părți de agent de îngroșare. Metoda propusa are dezavantajul ca după adăugarea pulberii de extincție apar probleme de stabilitate la depozitare, și apar probleme de sănătate pentru corpul uman precum silicoză.

Cererea de brevet de invenție nr. 201310124764.7 dezvăluie o vopsea apoasă de acoperire caracterizată prin aceea că cuprinde un primer și un strat de acoperire. Procentele în greutate ale componentelor primerului sunt după cum urmează: Răsină epoxidică cationică



apă 40-95% 0,1-0,4% bactericid pe bază de apă, 0,03-0,2% agent de degradare pe bază de apă, 0-10% apă pe bază de pastă de culoare și echilibru de apă. Procentul de greutate al fiecărei componente a stratului superior este după cum urmează: 30-45% apă, 0,05-0,3% auxiliar multifuncțional, 0,2-0,4% dispersant apos, 0,1-0,2% agent de umectare apoasă, 0,05-0,4% pe bază de apă pe bază de apă, 8-15% pulbere mată pe bază de apă, 0-20% dioxid de titan, 27-45% emulsie acrilică cu auto-reticulare la temperatura camerei, 0,6-1,5% dipropilen glicol butil eter, 0,4% bactericid apos, 0-10% pastă de culoare apoasă și balanță de apă. Brevetul de invenție chinezesc 201010587283.6 dezvăluie un lac mat pe bază de apă și o metodă de preparare a acestuia. Formula cuprinde următoarele componente în procente masice: 30-60% emulsie acrilică apoasă, 30% emulsie poliuretanică alifatică pe bază de apă, 3 - 10% film, 0,01- 2% agent de dezinfecțare, 0,01 până la 2% dispersant, 0,1 până la 5% agent de maturare, 0,01 - 2% agenți auxiliari, 0,01 până la 2% agent de îngroșare, 0,01 - 2% dintr-un agent de reticulare și 5 - 40% apă.

Cererea de brevet de invenție nr. 201310328761.5 dezvăluie o acoperire pe baza de argint, conținând 60% în greutate până la 85% în greutate poliuretan apos, 10% - 30% în greutate apă deionizată, 1% - 4% wt% aluminiu, 0,5% - 1,5% în greutate agent de umectare și dispersare și 1,0% - 3,0% în greutate conservant. Cererea de brevet nr. 201510573666.0 din China dezvăluie o finisare mată specială de vopsea în formă de zid de nisip, invenția constă din următoarele componente și părți raport greutate preparate: 43-53 părți apă, 0,2-0,4 părți dispersant, 0,1-0,3 părți de conservant bactericid, 0,2-0,4 părți agent rezistent la minereuri, 0,3-0,5 părți atapulgit, 0,4-0,6 părți auxiliar multifuncțional pe bază de apă, 0,1-0,3 părți agent de deformare, 1-2 părți pulbere de extincție, 0,6-1 părți de diol, 2-3 părți de film auxiliar de formare, 40-50 părți de emulsie acrilică pură și 0,6-1,2 părți de agent de îngroșare. Metoda propusa are dezavantajul ca după adăugarea pulberii de extincție apar probleme de stabilitate la depozitare, și apar probleme de sănătate pentru corpul uman precum silicoză.

Prin urmare, este necesar să se furnizeze o vopsea mată pe bază de apă care să nu utilizeze agenți de matuire. Inventia prezinta un nou agent de matuire aplicabil prin amestecare cu vopseaua acrilica ce urmeaza a fi aplicata pe suprafata lemnosă.

Un bun agent de matuire trebuie să îndeplinească urmatoarele conditii: să aibă un parametru de luciu cu valori cuprinse in intervalul 30-60%, să aiba proprietati anti-imbatranire și să reziste la temperatură și umiditate.



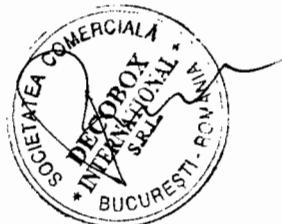
redusa a reologiei, sa nu afecteze curgerea vopselei acrilice in care se adauga, de asemenea sa fie compatibil cu toate vopselele acrilice fara a le modifica parametrii cromatici ai acestora.

Pentru a depăsi defectele din stadiul tehnicii, invenția prezenta furnizează un agent de matuire pe bază de apă, care simplifică foarte mult procesul de producție și procesul de construcție, și de a reduce costurile.

Halloysitul este o argilă minerală aluminosilicatică cu formula $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Principalii ei compoziți sunt aluminiu (20,90%), siliciu (21,76%) și hidrogen (1,56%). Se poate întâlni și în amestec cu dickit, caolinit, montmorilonit, goethite, limonite și alte minerale argiloase. Halloysitul este un membru al grupului de minerale argiloase de tip caolin și are mari avantaj ca poate cristaliza sub formă de nanotuburi minerale naturale. Halloysitul apare în mod natural ca niște cilindri mici (nanotuburi) care au o grosime a peretelui de 10-15 foi alumosilicate atomice, un diametru exterior de 50-60 nm, un diametru interior de 12-15 nm și o lungime de 0,5-10 pm. Suprafața lor exterioară este în cea mai mare parte compusă din SiO_2 și suprafața interioară a Al_2O_3 și, prin urmare, acele suprafețe sunt încărcate opus. În general, nanotuburile de halloysit variază în lungime de la scara submicron la mai mulți microni, uneori chiar $>30 \mu\text{m}$, în exterior diametru de la aproximativ 30 la 190 nm și în diametru interior de la aproximativ 10 la 100 nm. Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în folosirea unui nou agent de matuire pentru o vopsea acrilică solubilă în apă, în special la o vopsea mată colorată solubilă în apă și o metodă de preparare a acesteia, cu aplicații în domeniul acoperirilor arhitecturale cu scopul de a reduce gradul de luciu cauzat de stralucirea picturilor respective.

Produsele utilizate de obicei în matuirea suprafețelor pictate sunt în majoritatea cazurilor de tip rasini organice poliuretanice sau epoxidice dar și pulberi solide, cum ar fi silicea și talcul, utilizate pe scară largă pentru a acoperi straturile convenționale non-pulbere. Acestea sunt produse în general toxice și dăunătoare pentru mediu, datorită faptului că ele includ compuși polimerici nebiodegradabili și greu de gestionat. Silicea conduce la finisaje semi-lucioase și satinate afectând fluxul filmului într-un mod negativ, la niveluri de adaos de 3 până la 4% (la formularea totală). În plus, acoperirile își micșorează grosimea în timpul formării peliculei datorită eliberării de solvent, conducând la o contracție semnificativă a stratului, această abordare fiind o metodă relativ ineficientă de matuire.

De aceea, se impune necesitatea de a căuta noi formulări adecvate pentru reducerea lucrării suprafețelor picturale pentru a depăsi inconvenientele menționate mai sus.



Miron

Prezenta invenție oferă o soluție de preparare și utilizarea unui nou agent de matuire pentru o vopsea acrilică solubilă în apă, conducând la o vopsea mată colorată solubilă în apă cu scopul de a reduce gradul de luciu cauzat de stralucirea picturilor respective.

Agentul de matuire obținut se poate păstra într-un vas și amestecat cu vopselele acrilice în funcție de necesitate, apoi se aplică pe suprafața picturii conducând la un strat pictural mat.

Agentul de matuire este compus din halloisit sub formă de nanotuburi modificate chimic în mediu acid. Prezenta invenție se referă la prepararea și utilizarea halloisit nanotuburi modificate chimic în mediu acid ce poate fi amestecat cu orice vopsea acrilică la cerere.

Halloisitul este un membru al grupului de minerale argiloase de tip caolin și are mărele avantaj ca poate cristaliza sub formă de nanotuburi minerale naturale. Suprafața lor exterioară este în cea mai mare parte compusă din SiO_2 și suprafața interioară a Al_2O_3 și, prin urmare, acele suprafete sunt încărcate cu sarcini electrice opuse. Halloisitul se maruntește într-o moara cu bile la o turatie de 3000 - 4000 rotatii/min la dimensiune cuprinse între 10-50 nm, după care se introduce într-un vas Erlenmayer ce contine apă distilată în raportul de 1:2 halloisit/apă și se agita cu un agitator magnetic timp de 4 ore până la obținerea unei suspensii omogene cu aspect lăptos. Peste aceasta suspensie omogenă se adaugă soluția de 1M H_2SO_4 prin picurare și se menține în acest mediu cu agitare lenta, 100 rotatii/minut, timp de 100 de zile, până la obținerea pH -ului = 2. În aceste condiții dispersia de halloisit devine instabilă, ceea ce conduce la agregarea nanotuburilor de halloisit în pachete mari și cu pori interiori blocati rezultând agentul de matuire. Agentul de matuire se amesteca cu vopseaua de culoare dorită în funcție de gradul de matuire dorit, și se aplică pe suprafața de lemn ce urmează să fie vopsită. Soluția de halloisit se păstrează într-un recipient de sticlă bruna la temperatură constantă (25°C).

Avantajele prezentei inventii sunt:

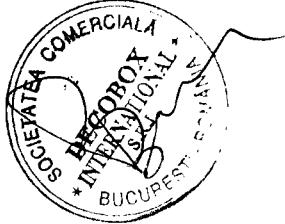
- permeabilitatea bună, rezistența la temperatură și rezistența mecanică ridicată,
- are un parametru de luciu cu valori cuprinse în intervalul 10-40%,
- proprietăți anti-imbatranire, influență redusă a reologiei, aplicabilitatea pentru tratarea cu grad de luciu ridicat, nu afectează curgerea vopselei acrilice în care se adaugă, compatibilitate cu toate vopselele acrilice fără a le modifica parametrii cromatici ai acestora. Invenția oferă o metodă de matuire a unei suprafete lucioase, ecologică, cu costuri reduse intrucât utilizează un compus natural.



Aldem

Prezentam un exemplu de realizare a inventiei:

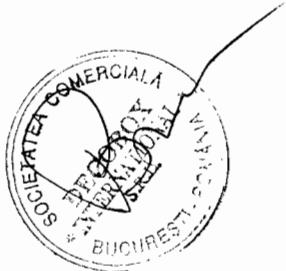
Agentul de matuire de tip halloisit se prepara din haloisit pulbere naturala ce se mojareaza pana la dimensiuni fine cuprinse intre 10-50 nm. 500 g haloisit se marunteste intr-o moara cu bile la o turatie de 3000 rotatii/min, dupa care se introduc intr-un vas Erlenmayer ce contine 1 litru apa distilata si se agita cu un agitator magnetic timp de 4 ore pana la obtinerea unei suspensii omogene cu aspect laptos. Dupa finalizarea agitarii, peste aceasta solutie se adauga 100 ml solutie 1M H₂SO₄ prin picurare si se mentine in acest mediu cu agitare lenta (100 rotatii/minut) timp de 100 de zile, la un pH= 2. In aceste conditii dispersia de haloisit devine instabila, ceea ce conduce la agregarea nanotuburilor de haloisit in pachete mari si cu pori interiori blocati rezultand agentul de matuire. Agentul de matuire se amesteca cu vopsea de culoare dorita in functie de gradul de matuire dorit, si se aplica pe suprafata de lemn ce urmeaza a fi vopsita. Solutia de haloisit se pastreaza intr-un recipient de sticla bruna la temperatura constanta (25 °C).



Adom

AGENT DE MATUIRE A VOPSELELOR ACRILICE**Revendicari**

- 1 Agent de matuire de tip halloisit caracterizat prin aceea ca agregarea nanotuburilor de halloisit in pachete mari si cu pori interiori blocati contine particule de dimensiuni fine cuprinse intre 10-50 nm de halloisit, apa distilata in raport masic 1:2, solutie 1M H₂SO₄ si pH- 2.
2. Procedeu de obtinere a unui agent de matuire conform revendicarii 1 caracterizat prin aceea ca particulele de halloisit, marunite intr-o moara cu bile la o turatie de 3000 - 4000 rotatii/min, cu dimensiunea cuprinsa intre 10-50 nm se introduc intr-un vas ce contine apa distilata in raportul de 1:2 halloisit/apa si se agita cu un agitator magnetic timp de 4 ore pana la obtinerea unei suspensii omogene cu aspect laptos peste care se adauga solutia de 1M H₂SO₄ prin picurare si se mentine in acest mediu cu agitare lenta, 100 rotatii/minut, timp de 100 de zile, pana la obtinerea pH 2, dispersia astfel obtinuta devine instabila ceea ce conduce la agregarea nanotuburilor de halloisit in pachete mari si cu pori interiori blocati rezultand agentul de matuire.

*Mihai*