



(11) RO 123219 B1

(51) Int.Cl.
C09D 5/18 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2006 00356**

(22) Data de depozit: **25.05.2006**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.03.2011** BOPI nr. **3/2011**

(41) Data publicării cererii:
29.12.2006 BOPI nr. **12/2006**

• **MOZA FLORIN-DORU, ZONA BUCOVINEI,
BL.B27, SC.A, ET.3, AP.11, TIMIȘOARA,
TM, RO**

(73) Titular:

• **MOPEKA IMPEX S.R.L.,
STR.MILOŞ CIRNEANSKI NR.43,
TIMIȘOARA, TM, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 94460; US 4239542

(72) Inventatori:

• **VINCZE MARTIN ANTONIU,
STR.TEATRULUI NR.3, SC.B, ET.1, AP.5,
TIMIȘOARA, TM, RO;**

(54) COMPOZIȚIE ȘI PROCEDEU PENTRU IGNIFUGAREA MATERIALELOR CELULOZICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un produs pentru ignifugarea materialelor celulozice și a produselor din celuloză, și la procedeul de obținere a acestuia. Produsul conform inventiei este constituit din 99...40% complex fosforamidă, sub formă de soluție apoasă, de concentrație 50%, și 1...60% emulsie de copolimer acrilic, autoreticulabil, și se prezintă sub formă de emulsie stabilă, cu un conținut de substanță solidă de minimum 40%, pH 6-8, viscozitate, la 20°C, 10-11, determinată prin curgere prin cupa Ford cu diametrul de 4 mm. Procedeul conform inventiei constă în reacția dintre acid ortofosforic și uree, la un raport molar acid:uree de 1:2, la o temperatură de 80...105°C, până la atingerea unui pH al masei de reacție de 6, când se oprește

încălzirea și se introduce apă în masa de reacție, ce se omogenizează, obținându-se un produs cu un conținut în substanță solidă de 50%, limpede, cu o densitate de 1,15...1,18, peste care se adaugă, la 30..35°C, o emulsie de copolimer acrilic autoreticulabil, cu un conținut în solide de 30...40%, viscozitate minimum 20 cP și pH 8..8,5, iar după omogenizare se obține produsul dorit, sub formă de emulsie cu un conținut în substanță solidă de minimum 40%, pH 6..8 și viscozitate, la 20°C, 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford cu diametrul de 4 mm.

Revendicări: 2

Examinator: ing. ANCA MARINA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

1 Invenția se referă la o compoziție pentru ignifugarea materialelor celulozice, a produ-
selor din celuloză și la un procedeu pentru obținerea acestei compozitii.

3 Este cunoscut faptul că pentru ignifugarea unor materiale inflamabile precum: lemn,
hârtie, materiale textile etc., sunt utilizati ignifuganți pe bază de silicati sau metasilicati de
5 sodiu, amestecuri de fosfați de amoniu, sau organici de tipul condensatelor de uree cu for-
maldehidă aditive cu compuși organici halogenati și/sau cu rășini de diverse tipuri, care
7 sunt prezentate în brevetele RO 79738, RO 87738, RO 91157, R 94457, RO 108872,
US 2921896, RO 113957, GB 503944, GB 1541972, US 4188313, RO 108872, RO 108873,
9 RO 110247, RO 110519 și RO 110520.

11 De asemenea, în brevetul RO 94460, se dezvăluie o compoziție ignifugantă pe bază
de fosfat de amoniu, obținută din acid fosforic, uree și apă în cantități prestabilite. Reacția
13 se conduce într-o primă fază cu aport de căldură, iar în faza finală, de definitivare a reacției,
se ridică temperatura, după care începe cristalizarea amestecului prin răcirea lentă a aces-
tuia.

15 Se cunoaște din stadiul tehnicii o compoziție ignifugantă pe bază de fosfat de amoniu
și un amestec de compuși de uree. Procedeul de preparare a compozitiei ignifuge constă din
17 încălzirea unei soluții apoase de acid fosforic la o temperatură de 50...100°C, după care se
adaugă ureea și se continuă încălzirea până la o temperatură de 110...125°C. Încălzirea se
19 oprește, reacția stopându-se după 3...15 min (US 4239542).

21 Dezavantajele acestor produse sunt următoarele: în cazul ignifuganților anorganici,
pelicula formată după aplicare este instabilă la umiditate, necesitând reluarea tratamentului
23 după anumite intervale de timp, nu sunt recomandați pentru aplicații exterioare supuse
intemperiilor. În cazul ignifuganților organici sau anorganici aditive cu diverse produse orga-
25 nice, dezavantajele sunt următoarele: policondensatele cu formaldehidă în anumite condiții
pot degaja formaldehidă cu efect cancerigen, iar cele halogenate, sub acțiunea unor factori
termici, pot degaja acid clorhidric, substanță foarte toxică.

27 Problema tehnică pe care o rezolvă inventia constă în obținerea unui produs cu pro-
prietăți ignifuge, pentru diferite tipuri de materiale celulozice, prin asocierea componentelor
29 soluției în anumite rapoarte.

31 Compoziția pentru ignifugarea materialelor celulozice și a produselor din celuloză,
conform inventiei, înălătură dezavantajele menționate, prin aceea că este constituită din
33 50...30% complex fosforamidă sub formă de soluție apoasă de concentrație 50% și 50...70%
emulsie de copolimer acrilic, autoreticulabil, sub formă de emulsie cu un conținut de
substanță solidă de 38...45% și pH 6...8, procentele fiind exprimate în greutate.

35 Procedeul de obținere a unei compozitii pentru ignifugarea materialelor celulozice și
a produselor din celuloză, conform inventiei, constă în reacționarea acidul ortofosforic cu
37 ureea, la raport molar acid:uree de 1:2, la o temperatură de 80...105°C, până la atingerea
unui pH al masei de reactie de 6, când se oprește încălzirea și se introduce apa în masa de
39 reactie, se omogenizează, obținându-se un produs cu un conținut în substanță solidă de
41 30...50%, limpede, cu o densitate de 1,15...1,18 g/cm³, peste care se adaugă, la o tem-
peratură de 30...35°C, o emulsie de copolimer acrilic autoreticulabil, cu un conținut în solide de
30...40%, viscozitate minimum 20 cP și pH 8...8,5, se omogenizează sub formă de emulsie.

43 Invenția prezintă următoarele avantaje:

45 - stratul superficial obținut după aplicare se prezintă ca o peliculă foarte aderentă la
suprafața protejată, nu se exfoliază, este lavabilă, nu alterează culorile, la acțiunea focului
nu degajă gaze toxice, și conferă produsului caracteristici de protecție ignifugă și hidrofugă,
47 specifice condițiilor de expunere în exterior;

RO 123219 B1

- determină creșterea durabilității naturale a materialelor tratate prin stabilizare dimensională, creșterea rezistenței la foc și scăderea riscurilor de atacuri biologice;	1
- nu modifică culoarea naturală a lemnului, prezentând avantajul de a fi utilizat atât în construcții civile, dar și la protecția ignifugă a lemnului din obiectivele culturale de patrimoniu istoric, muzeal și de arhitectură.	3
Compoziția conform invenției este alcătuită dintr-un amestec format dintr-o soluție apoasă de fosforamidă complexă, obținută prin reacția acidului ortofosforic concentrat, de preferință de 80%, cu uree la temperatura de 90...105°C, într-un raport molar acid ortofosforic: uree de 1:2, fosforamida obținută fiind dizolvată într-o cantitate de apă aleasă în aşa fel încât să se obțină o concentrație de 30...50%, de preferință, soluția astfel obținută fiind condiționată cu o emulsie de copolimer acrilic autoreticulabil, de preferință, copolimer stiren-acrilat de etil sau stiren-metacrilat de etil, care conține 38...40% substanță solidă, cu viscozitate de minimum 20 cP și pH 8...5, în proporție de 30...50% soluție fosforamidă complexă și 50...70% emulsie acrilică.	7
Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de 40...45%, pH 6...8, de consistență fluidă, care se poate folosi la tratamentul ignifug și ecologic al materialelor inflamabile din lemn, hârtie, materiale textile.	9
Se dau, în continuare, 12 exemple de realizare a invenției.	11
Exemplul 1. Într-un reactor emailat de 1500 kg capacitate utilă, prevăzut cu manta de încălzire-răcire, agitator impeler, termometru, gură de încărcare și ștuț de golire, se introduc 177 kg acid ortofosforic de 80% concentrație și 173 kg uree, cantitățile fiind corespunzătoare unui raport molar acid fosforic: uree de 1:2, se pornește agitarea și încălzirea reactorului prin admisia aburului în manta. Când temperatura amestecului de reacție ajunge la 80°C, se potrivește robinetul de admisie al aburului în manta, în aşa fel încât gradientul creșterii temperaturii să fie 1°C/min. După ce temperatura ajunge la 90°C, gradientul se stabilește la 0,5°C/min și din 5 în 5 min se prelevă probe pentru măsurarea pH-ul masei de reacție. Temperatura maximă admisă este de 105°C. După atingerea pH-lui 6, se oprește încălzirea și se dozează cu debit mare cantitatea de 350 kg apă. Se continuă agitarea până la omogenizarea completă a amestecului, concomitent cu admisia apei de răcire în mantaua reactorului. Se obține o compozitie cu un conținut în substanță solidă de 50%, limpede, cu densitate de 1,15...1,18.	13
Exemplul 2. Se procedează ca în exemplul 1, cu deosebirea că, după terminarea reacției de amidare-condensare, se dozează cu debit mare 750 kg apă, continuând omogenizarea amestecului concomitent cu admisia în mantaua reactorului a apei de răcire. Se obține o compozitie cu un conținut în substanță solidă de 30%, limpede, cu densitate de 1,12...1,15.	19
Exemplul 3. Se procedează ca în exemplul 1, cu deosebirea că, după terminarea reacției de amidare-condensare, se dozează cu debit mare 525 kg apă, continuând omogenizarea amestecului concomitent cu admisia în mantaua reactorului a apei de răcire. Se obține o compozitie cu un conținut în substanță solidă de 40%, limpede, cu densitate de 1,13...1,14.	21
Exemplul 4. Compoziției obținute conform exemplului 1 la temperatura de 30...35°C, i se adaugă 700 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă: răsină de 50:50%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimum 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de minimum 45%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.	23
	25
	27
	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45
	47
	49

Exemplul 5. Compoziției obținute conform exemplului 1 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 1050 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 40:60%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de minimum 44%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 6. Compoziției obținute conform exemplului 1 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 1633 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 30:70%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 42%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 7. Compoziției obținute conform exemplului 2 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 1100 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 50:50%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 35%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 8. Compoziției obținute conform exemplului 2 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 1650 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 40:60%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 38%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 9. Compoziției obținute conform exemplului 2 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 2566 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 30:70%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 37%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 10. Compoziției obținute conform exemplului 3 la temperatură de 30...35°C, i se adaugă 875 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:rășină de 50:50%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 41%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca lemn, materiale textile, hârtie etc.

RO 123219 B1

Exemplul 11. Compoziției obținute conform exemplului 3 la temperatura de 30...35°C, i se adaugă 1312 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:răsină de 40:60%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 39%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

Exemplul 12. Compoziției obținute conform exemplului 3 la temperatura de 30...35°C, i se adaugă 2041 kg de emulsie copolimer acrilică autoreticulabilă, corespunzător unui raport de soluție fosforamidă complexă:răsină de 30:70%, cu un conținut în solide de 38...40%, viscozitatea minimă 20 cP și pH de 8...8,5, se mai omogenizează amestecul obținut câteva minute și se descarcă produsul finit. Compoziția astfel obținută este o emulsie stabilă cu un conținut de substanță solidă de maximum 39%, pH 6...8, de viscozitate 10...11, determinată prin curgere prin cupa Ford de φ 4 mm. Compoziția se utilizează pentru tratamente ignifuge a diverselor materiale ca: lemn, materiale textile, hârtie etc.

3 1. Compoziție pentru ignifugarea materialelor celulozice și a produselor din celuloză,
5 caracterizată prin aceea că este constituită din 50...30% complex fosforamidă sub formă
7 de soluție apoasă de concentrație 50% și 50...70% emulsie de copolimer acrilic, autoreticu-
labil, sub formă de emulsie cu un conținut de substanță solidă de 38...45% și pH 6...8, pro-
centelete fiind exprimate în greutate.

9 2. Procedeu de obținere a unei compozitii pentru ignifugarea materialelor celulozice
11 și a produselor din celuloză, definită în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că se reac-
13 ționează acidul ortofosforic cu ureea, la raport molar acid:uree de 1:2, la o temperatură de
15 80...105°C, până la atingerea unui pH al masei de reacție de 6, când se oprește încălzirea
 și se introduce apă în masa de reacție, se omogenizează, obținându-se un produs cu un
 conținut în substanță solidă de 30...50%, lîmpede, cu o densitate de 1,15...1,18 g/cm³, peste
 care se adaugă, la o temperatură de 30...35°C, o emulsie de copolimer acrilic autoreticulabil,
 cu un conținut în solide de 30...40%, viscozitate minimă 20 cP și pH 8...8,5, se omoge-
 nizează sub formă de emulsie.

