



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00811**

(22) Data de depozit: **12.10.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.12.2012** BOPI nr. **12/2012**

(41) Data publicării cererii:
29.04.2011 BOPI nr. **4/2011**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GHEORGHE
ASACHI" DIN IAȘI,**
*BD.PROF.D.MANGERON NR. 67, IAȘI, IS,
RO*

(72) Inventatori:
• **RACU CRISTINA,** *STR.A.PANU NR.23,
BLOC MUNTENIA, SC.B, ET.8, AP.23, IAȘI,
IS, RO;*

• **GRIGORIU ANA-MARIA,** *STR.SF.LAZĂR
NR.11, BL.J 1-2, SC.J 2, ET.3, AP.13, IAȘI,
IS, RO;*
• **GRIGORIU AURELIA,** *STR. SF.LAZĂR
NR.11, BL. J 1-2, SC.J 2, ET.3, AP.13, IAȘI,
IS, RO*

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**GB 579722; CN 85102919 A;
RO a 2007 00666 A2**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR FIRE LIBERIENE, DE
TIP IN SAU CÂNEPĂ, CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE**



RO 126212 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor fire din cânepă și din in, folosite
în realizarea de textile cu proprietăți antimicrobiene și aparține domeniului finisării chimice
3 textile.

5 Textilele sunt medii favorabile dezvoltării bacteriilor și ciupercilor. Finisarea textilelor
cu substanțe antimicrobiene de moleculă mică (de exemplu, argint, zinc, cupru, compuși
7 cuatamari de amoniu) este valoroasă ca efecte, dar prezintă dezavantajul că acest tratament
este nepermanent. Controlul dezvoltării bacteriene și fungice, pe o țesătură, poate fi realizat
9 și într-o manieră permanentă, prin finisarea cu rășini, pentru a fixa agenții
antibacterieni/antifungici pe suprafața textilă sau prin grefarea directă a acestor agenți pe
11 lanțul macromolecular (Panye J., *J. Soc.Dyers Colour.*, 113, 48, 1997). Includerea și
eliberarea substanțelor de către ciclodextrine (CD), fixate pe textile prin grefare, pot fi
13 utilizate pentru aplicații medicale, cum ar fi: plasturi transdermici, implanturi și suturi
antibacteriene, țesături de protecție antiinsecte sau aromaterapeutice (Breteler ten M.R.,
15 Nierstrasz V. A., Warmoeskerken M. M. C. G., *AUTEX Res. J.*, 2, 175,2002; Buschmann H.
J., Knittel D., Schollmeyer E., *J. Incl. Phenom. Macrocyclic Chem.*, 40, 169,2001; Wollina U.,
17 *Med. Welt*, 42, 877, 1991; Kistamah N., Carr C. M., Rosunee S., *J. Mater. Sci.*, 41, 379,
2006; Grigoriu A.-M., Teză de doctorat, Universitatea Tehnică "Gheorghe Asachi", Iași, 2009;
Szejtli J., *Pure Appl. Chem.*, 76 (10), 1824, 2004).

19 Firele din fibre liberiene au alungirea la rupere foarte mică (aproximativ 3%) și o
neuniformitate mare a fineții, cauzând un număr mare de ruperi în timpul filării. La filarea în
21 stare umedă, prin trecerea semitortului prin cuva de imersare, incrustele (substanțe pectice,
ceruri, lignină) ce unesc fibrele elementare aflate în lamela mediană se înmoaie, se gelifică,
23 comportându-se ca un lubrifiant, astfel încât, în timpul laminării, vor aluneca unele față de
altele atât fibrele tehnice, cât și fibrele elementare.

25 Prin creșterea numărului de fibre în secțiunea transversală, neuniformitatea și
numărul de ruperi la filare scad.

27 La filarea umedă, în trenul de laminare al mașinii de filat, se obține o individualizare
a fibrelor tehnice liberiene care poate ajunge până la fibre elementare, fiind posibilă astfel
29 obținerea de fire din in sau din cânepă cu finețe mare (Cuzic-Zvonaru, C., *Contribuții la
studiul și perfecționarea filării ude a firelor tip in*, Teză de doctorat, Iași, 1992; Cuzic-Zvonaru,
31 C, Buzescu, L. F., Manolache, R., Voroneanu, C., *Influența variației temperaturii apei asupra
calității firelor filate ud din semitort dublu*, The International Symposium: "Hemp and Other
33 Bast Fibrous Plants: Production, Technology & Ecology", Institute of Natural Fibres, Poznan,
Polonia, septembrie 1998; Racu, C., Cuzic -Zvonaru, C., Preda, C., *Industria Textilă*, 50 (3),
35 1999, pp.149-151; Racu, C., *The influence of the wet spinning parameters upon the
characteristics of yarns spun from hemp and wool blend*, Buletinul Institutului Politehnic din
37 Iași, secția Textile-Pielărie, Tomul LIV (LVIII), fasc. 3-4, 2008; Racu C., *New Hemp Type
Yarns Wet Spun of Raw or Chemically Treated Roving*, The 5-th International Conference
39 In-tech-ed 2005, Budapesta, Ungaria, 95-100).

41 Se mai cunoaște un procedeu de filare umedă a firelor de in (**GB 579722**) în care
fibrele se imersează, înainte de stoarcerea finală, într-o soluție antiseptică, astfel încât să se
43 împiedice atacul microorganismelor asupra acestora și, respectiv, un procedeu de filare
uscată a fibrelor din in (**CN 85102919 A**), care cuprinde o etapă prealabilă de grefare a unor
45 substanțe adecvate pe grupele chimice ale macromoleculilor fibrelor, în vederea creșterii
rezistenței și menținerii lungimii acestora, astfel încât să poată fi prelucrate eficient în
operațiile mecanice ulterioare.

47 Dezavantajul acestor procedee constă în aceea că niciunul nu are ca rezultat
obținerea de fire cu proprietăți antimicrobiene eficiente și de durată.

RO 126212 B1

Se mai cunoaște un procedeu de obținere a unor țesături celulozice, de exemplu, din fire de in, cu proprietăți antimicrobiene (RO a 2007 00666 A2) prin grefarea fibrelor suportului textil cu monoclorotriazinil- β -ciclodextrină și carbonat de sodiu.	1 3
Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că reactivul de grefare, fiind aplicat pe un suport textil sub formă de țesătură, nu asigură uniformitatea grefării fibrelor din profunzimea suportului textil.	5
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea succesiunii și parametrilor unui procedeu de filare umedă a fibrelor liberiene, de tip in și cânepă, care să fie simplu și ușor de aplicat, și care să asigure obținerea unor fire cu proprietăți antimicrobiene eficiente, uniforme și durabile în timp.	7 9
Procedeul de obținere a unor fire liberiene, de tip in sau cânepă, cu proprietăți antimicrobiene, conform invenției, înlătură dezavantajele soluțiilor cunoscute și rezolvă problema tehnică menționată, prin aceea că acesta cuprinde impregnarea fibrelor cu o soluție de 30...80g/L monoclorotriazinil- β -ciclodextrină și 10...100g/L Na_2CO_3 , la un $\text{pH} = 11$, timp de 5...45 s, stoarcere și filare umedă la 40...60°C, cu o lungime de imersare de 250...450 mm, cu o viteză de 1...2 m/min, uscare în etuvă timp de 2...4 h, la o temperatură de 50...70°C, fixare termică în etuvă timp de 5...15 min, la 90...150°C, urmată de spălări riguroase, uscare la temperatura camerei și condiționare într-o incintă la o temperatură de 20...22°C și o umiditate de circa 65%.	11 13 15 17 19
Procedeul conform invenției urmărește, pentru prima dată, obținerea firelor din in/cânepă, grefate cu derivatul reactiv monoclorotriazinil- β -ciclodextrină (MCT- β -CD), prin două procese simultane, de filare umedă și de grefare, cuprinse într-un singur procedeu, care să cumuleze etapa de filare umedă, a acestora, cu o etapă de grefare superficială, nanometrică, a compusului reactiv monoclorotriazinil- β -ciclodextrină.	21 23
La scară industrială, invenția are, ca aplicație potențială, obținerea de textile cu finisare igienică, cum ar fi prosoape, cuverturi, lenjerie, îmbrăcăminte și textile medicale.	25
După procesul de modificare a acestor textile, creșterea microorganismelor în cavitățile microscopice ale fibrelor este împiedicată.	27
Procedeul conform invenției prezintă avantajul că este relativ ușor de realizat: filarea umedă - pe o mașină de filat umed, grefarea - printr-o tehnică de tip fulardare - uscare - fixare termică (pad-dry-cure).	29 31
Se dau, în continuare, două variante de realizare a invenției.	
Varianta 1	33
S-au realizat, pe mașina de filat umed, fire din 100% cânepă, cu densitatea medie de lungime de 78 tex.	35
Fuiorul de cânepă de sort superior, utilizat la realizarea firelor, înainte de a fi introdus în proces, datorită lungimii mari a mănunchiului, a fost tăiat la lungimi cerute de particularitățile constructive ale mașinii de pieptănat vertical (aproximativ 80 cm).	37
Fuiorul melițat de cânepă a fost supus procesului de antepieptănare manuală, pieptănare pe o mașină de pieptănat vertical C-302-L și apoi a fost repieptănat, pentru îndreptarea capetelor mănunchiului de fuior.	39 41
Fibrele au fost prelucrate, în continuare, pe o linie de preparație Mackie, iar banda obținută la mașina de format benzi a fost uniformizată de două ori pe dubleză. S-au folosit patru pasaje de laminor, urmate de flaiier. Filarea s-a realizat în stare udă, pe mașina de filat PM-88-L5.	43 45
Grefarea MCT- β -CD pe fibrele de cânepă (fuior de cânepă sort superior, între 7,7 și 40 tex) presupune mai multe etape. S-a preparat o soluție de MCT- β -CD (30...80 g/L) și Na_2CO_3 (10...100 g/L), cu $\text{pH} = 11$, care s-a introdus în jgheabul mașinii de filat, cu care s-a	47

RO 126212 B1

1 impregnat semitortul de cânepă, timp de 5...45 s. După stoarcere și filare pe formate,
acestea s-au transformat în jurubite și s-au uscat în etuvă, timp de 2...4 h, la temperaturi de
3 50...70°C. Ulterior, jurubițele au fost fixate termic în etuvă, timp de 5...15 min, la 90...150°C,
5 pentru realizarea grefării. Îndepărtarea excesului de reactivi s-a realizat prin spălări repetate,
calde și reci, cu apă distilată, până la obținerea unui pH = 6,5...7. În final, mostrele au fost
7 uscate la temperatura camerei și condiționate într-o incintă de condiționare (temperatura de
20...22°C și umiditatea de 65%). Caracteristicile fizico-mecanice (tenacitatea, alungirea la
9 rupere și coeficienții lor de variație) ale firelor filate în diferite condiții (diferite durate de
umezire și diferite concentrații ale MCT-β-CD), obținute în urma procedurii conform
11 invenției, au fost măsurate în acord cu metodologia standardizată, stabilindu-se condițiile
optime de filare.

Pentru a obține caracteristici fizico-mecanice corespunzătoare pentru un fir din 100%
13 cânepă, coeficienți de variație ai acestor caracteristici cât mai mici și un grad de grefare
optim pentru operațiile de includere care vor urma, este necesar să se stabilească, pentru
15 filarea umedă concomitentă cu grefarea, o durată de înmuiere de 25 s și o concentrație a
soluției de 50 g/l de MCT-β-CD.

17 **Varianta 2**

Ca materie primă, s-au folosit fibre din in (de finețe 60 tex, sorturile I și II), supuse
19 unor prelucrări pregătitoare ca în varianta 1. Fazele de filare umedă și de grefare, realizate
simultan, se efectuează ca în varianta 1.

RO 126212 B1

Revendicare

1

Procedeu de obținere a unor fire liberiene, de tip in sau cânepă, cu proprietăți antimicrobiene, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde impregnarea fibrelor cu o soluție de 30...80 g/L monoclorotriazinil- β -ciclodextrină și 10...100 g/L Na_2CO_3 , la un $\text{pH} = 11$, timp de 5...45 s, stoarcere și filare umedă la 40...60°C, cu o lungime de imersare de 250...450 mm, cu o viteză de 1...2 m/min, uscare în etuvă, timp de 2...4 h, la o temperatură de 50...70°C, fixare termică în etuvă, timp de 5...15 min, la 90...150°C, urmată de spălări riguroase, uscare la temperatura camerei și condiționare într-o incintă la o temperatură de 20...22°C și o umiditate de circa 65%.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit sub comanda nr. 658/2012