



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 00067**

(22) Data de depozit: **27.01.2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29.03.2013** BOPI nr. **3/2013**

(41) Data publicării cererii:
29.07.2011 BOPI nr. **7/2011**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL DE CHIMIE
MACROMOLECULARĂ "PETRU PONI",
ALEEA GRIGORE GHICA VODĂ NR.41 A,
IAȘI, IS, RO**

(72) Inventatori:
• **CAZACU MARIA, STR.SĂRĂRIE NR.6,
BL.6, SC.B, ET.2, AP.6, IAȘI, IS, RO;**
• **ȘTIUBIANU GEORGE THEODOR,
BD.SOCOLA NR.2, BL.F, SC.E, ET.1, AP.1,
IAȘI, IS, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 83044; JP 5098082 A; US 4477612 A

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI CAUCIUC SILICONIC CU
VULCANIZARE LA TEMPERATURA CAMEREI**



RO 126477 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui cauciuc siliconic, cu vulcanizare
la temperatura camerei, cu lignină ca material de umplutură neîntăritor. Cauciucul obținut
3 este utilizat sub formă de chit de injectare, pentru fisuri în beton, zidărie, ca adeziv, ca
material de etanșare sau încapsulare etc.

5 Lignina este un derivat din biomasă vegetală, care rezultă în cantități mari, ca produs
secundar, în industria celulozei și a hârtiei. Interacțiunile intermoleculare puternice și
7 structura reticulată a ligninei fac dificilă încorporarea acesteia în alte materiale. De aceea,
sunt puține amestecuri miscibile ale acestui biopolimer cu alte sisteme. Totuși, în condiții
9 optime de amestecare, aceste interacțiuni pot fi alterate, în ultimii ani făcându-se eforturi
pentru a încorpora lignina în diferite materiale polimerice: poli(clorură de vinil), polipropilenă,
11 poli(alcool vinilic), polietilenă, polistiren, poli(etilen tereftalat), cauciuc natural etc.

Se cunoaște, din brevetul **RO 83044**, un procedeu de obținere a cauciucurilor
13 siliconice, cu vulcanizare la temperatura camerei, care constă în amestecarea
polidimetilsiloxan- α,ω -diolilor de mase moleculare joase (45000...105000 g/mol), cu
15 materiale de umplutură și un reticulant care permite vulcanizarea în prezența umidității din
aer. Rolul adaosurilor, ca materiale de umplutură, este acela de a contribui la îmbunătățirea
17 caracteristicilor mecanice și a reducerii prețului de cost. Ca material de umplutură întăritor,
se folosește, de obicei, bioxidul de siliciu (silicea de ardere sau silicea aerogel), iar ca
19 material de umplutură, semi- sau neîntăritor, sunt diverse materiale anorganice (diatomită,
quartz, carbonat de calciu, silicat de calciu, silicat de zirconiu). Procedeu prezintă
21 dezavantajul că folosește materiale de umplutură neîntăritoare, care înglobează manoperă
și consum de energie, pentru extracție și prelucrare sau preparare.

23 Problema, pe care o rezolvă invenția, este de realizare a unui procedeu de obținere
a unui cauciuc siliconic, ecologic, cu parametri de procedeu și succesiune de faze adecvate
25 obținerii unui material propice utilizărilor propuse.

Procedeu propus prin prezenta invenție înlătură dezavantajele de mai sus, prin
27 aceea că lignină și bioxid de siliciu, uscate la 110°C și 20 mm Hg, timp de 1 h, și
hidrofobizate prin tratare cu 20% g octametilsiloxan, la o temperatură de 180°C,
29 timp de 3 h, sub agitare și apoi aduse la temperatura camerei, se încorporează, prin
amestecare, în porțiuni mici, cu ajutorul unui malaxor cu palete, prevăzut cu manta de răcire,
31 la 25°C, într-un polidimetilsiloxan- α,ω -diol, PDMS, cu masa moleculară medie viscozometrică
cuprinsă între 50000 și 160000 g/mol, în raport masic silice:PDMS de 1:10 și lignină: PDMS
33 de 1:5, după care se adaugă 8 ml agent de reticulare, constând din metiltriacetoxisilan, la
100 g elastomer, după care compoundul obținut se toarnă în forme și se vulcanizează la
35 temperatura camerei, timp de 24 h, rezultând un cauciuc, care prezintă o rezistență la rupere
de 0,300...1,413 MPa, alungire la rupere de 248...430% și duritate de 6...24°ShA.

37 Aplicarea procedurii realizat prin prezenta invenție are următoarele avantaje:
- este ecologic, prin folosirea unui derivat din biomasă vegetală, lignina, care rezultă
39 în cantități mari, ca produs secundar, în industria celulozei și a hârtiei;
- lărgiște gama materialelor folosite drept componente pentru obținerea cauciucului
41 siliconic;
- este ușor de aplicat, sub formă de chit de injectare, pentru fisuri în beton, ca adeziv,
43 ca material de etanșare sau încapsulare.

În continuare, se dă un exemplu de realizare practică a invenției.

45 Lignina sub formă de pulbere se încarcă într-un balon cu trei găuri, echipat cu pâlnie
de picurare, termometru și agitator mecanic, și se încălzește la 110°C/20 mm Hg, timp de
47 o oră. Apoi se aduce balonul la temperatura camerei și presiune normală, și se adaugă, din
pâlnia de picurare, 20% g octametilsiloxan. Se înlocuiește pâlnia de picurare cu un

RO 126477 B1

refrigerent de reflux, se ridică temperatura la 180°C și amestecul se menține, în aceste condiții, 3 h, cu agitare continuă, după care se aduce la temperatura camerei. Într-o instalație similară și după același procedeu adaptat, se hidrofobizează și silicea. Într-un malaxor cu palete Duplex, prevăzut cu manta de răcire, se introduc 100 g polidimetilsiloxan- α,ω -diol cu masa moleculară medie viscozimetrică, Mv, în domeniul 50000...160000 g/mol. Sub amestecare, la temperatura de 25°C, se adaugă, pe rând, în porțiuni mici, 10 g silice (câte 1 g la 15 min) și apoi 20 g lignină (câte 2 g la 15 min), ambele hidrofobizate.	1 3 5 7
Amestecul se stochează 3 zile la temperatura camerei, după care se dezaerează prin menținere într-un exicator de vid, la 25°C/10 mmHg, până nu se mai observă prezența bulelor de aer; într-o incintă închisă, în atmosferă uscată, în acest amestec se încorporează, prin amestecare mecanică, 8 ml metiltriacetoxisilan, după care amestecul rezultat se introduce în tuburi bine închise, pentru a fi protejat de umiditatea din aer, până în momentul utilizării. Deoarece toate componentele necesare se găsesc în același ambalaj, acesta este un cauciuc siliconic, cu vulcanizare la temperatura camerei, monocomponent. Prin expunere la umiditatea din atmosferă, are loc vulcanizarea cauciucului siliconic, pentru care se determină caracteristicile mecanice. Pentru aceasta, compoundul rezultat se toarnă în forme metalice, rectangulare, cu dimensiuni de 20x20x0,2 cm, presate, cu o forță de 5 kg, între două plăci metalice, teflonate, și se lasă 24 h, pentru vulcanizare, în mediu din laborator (temperatura circa 25°C, umiditate circa 60%), după care se scoate din forme, se lasă în aer, la temperatura camerei, 24 h și se fac măsurători. Se obține un material cu rezistență la rupere de 0,300...1,413 MPa, alungire la rupere de 248...430%, și duritate de 6...24°ShA. Duritatea și rezistența la rupere scad cu creșterea masei moleculare a polimerului utilizat, datorită creșterii distanței între punctele de reticulare (capetele lanțului macromolecular), iar alungirea la rupere crește.	9 11 13 15 17 19 21 23
Datorită reticulantului folosit (metiltriacetoxisilan), în același timp cu vulcanizarea, are loc și aderența materialului la unele suprafețe, ca: sticlă, ceramică, zidărie, metal, lemn, unele mase plastice, cauciuc etc. Materialul este destinat folosirii drept chit de injectare, pentru diverse tipuri de fisuri, cum ar fi cele din zidărie. Poate fi, de asemenea, folosit ca adeziv, material de încapsulare sau etanșare.	25 27 29

RO 126477 B1

Revendicare

1

3

5

7

9

11

13

Procedeu de obținere a unui cauciuc siliconic, cu vulcanizare la temperatura camerei, folosind lignina ca material de umplură, **caracterizat prin aceea că** lignină și bioxid de siliciu, uscate la 110°C și vid de 20 mm Hg, timp de 1 h, și hidrofobizate prin tratare cu 20% g octametilciclotetrasiloxan, la o temperatură de 180°C, timp de 3 h, sub agitare și apoi aduse la temperatura camerei, se încorporează, prin amestecare, în porțiuni mici, cu ajutorul unui malaxor cu palete, prevăzut cu manta de răcire, la 25°C, într-un polidimetilsiloxan- α,ω -diol, PDMS, cu masa moleculară medie viscozimetrică cuprinsă între 50000 și 160000 g/mol, în raport masic silice:PDMS de 1:10 și lignină: PDMS de 1:5, după care se adaugă 8 ml agent de reticulare, constând din metiltriacetoxisilan, la 100 g elastomer, după care compoundul obținut se toarnă în forme și se vulcanizează la temperatura camerei, timp de 24 h, rezultând un cauciuc, care prezintă o rezistență la rupere de 0,300...1,413 MPa, alungire la rupere de 248...430% și duritate de 6...24°ShA.



Editare și tehoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 232/2013