



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01229**

(22) Data de depozit: **25/11/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2017** BOPI nr. **5/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2013 BOPI nr. **8/2013**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "DUNĂREA DE JOS"**
DIN GALAȚI, STR.DOMNEASCĂ NR.47,
GALAȚI, GL, RO

(72) Inventatori:
• **CÎRCIUMARU ADRIAN, CALEA GIULEȘTI**
NR.22, BL.OD 5, SC.1, AP.1, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **ANDREI GABRIEL,**
STR.ARMATA POPORULUI NR.10, BL.CL 2,
SC.2, AP.24, GALAȚI, GL, RO;

• **DIMA DUMITRU,**
STR.REGIMENT 11 SIRET NR.19, BL.E 6,
SC.2, AP.23, GALAȚI, GL, RO;
• **MURĂRESCU MONICA,**
STR.DOMNEASCĂ NR.17, BL.B, SC.2,
ET.1, AP.11, GALAȚI, GL, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
NAINAR A., SHANKS R. ȘI KONG I.,
"STARCH/MWCNT/EPOXY COMPOSITES
FOR BIODEGRADABLE BATTERIES",
IN NANOTECHNOLOGY, BIOSENSORS,
INSTRUMENTS, MEDICAL, ENVIRONMENT
AND ENERGY, PP. 244-247, BOSTON,
USA, 2011; US 2009299082 (A1);
WO 2009113027 (A1)

(54) **MATRICE EPOXIDICĂ, ADITIVATĂ CU NANOTUBURI**
DE CARBON ȘI AMIDON



RO 128730 B1

1 Invenția se referă la o matrice epoxidică, aditivată cu nanotuburi de carbon (MWCNT)
și amidon, destinată elaborării compozitelor polimerice ranforsate cu țesături de carbon și/sau
3 carbon-Kevlar.

5 Sunt cunoscute rășini polimerice termorigide, utilizate la elaborarea compozitelor
polimerice ranforsate cu țesături din fibre de carbon și/sau carbon-Kevlar.

7 Se cunosc procedee de obținere a compozitelor pe bază de rășini termorigide cu
nanotuburi de carbon și amidon pentru diverse aplicații industriale, în special în domeniul
electronicii.

9 Din documentul **Naiar A., Shanks R. și Kong I., „Starch/MWCNT/epoxy composites
for biodegradable batteries”, 16.06.2011, NSTI-Nanotech 2011, Boston, USA**, se cunoaște
11 un procedeu de întărire a unei compoziții pe bază de rășină epoxidică, cu amidon plastifiat cu
glicerină și cu nanotuburi de carbon. Componentele utilizate pentru realizarea compoziției sunt
13 2 ml glicerină, 5...6 g amidon, soluție apoasă de 0,2...1,0% nanotuburi și rășină epoxidică.

15 Documentul **US 2009299082 (A1)** se referă la o compoziție pe bază de rășină epoxi-
dică cu conținut de nanotuburi de carbon și la un procedeu de întărire a acesteia. Compoziția
este constituită din rășină epoxidică, 0,1...10 părți în greutate nanotuburi de carbon, 5...50 părți
17 în greutate agent de întărire la 100 părți rășină epoxi, aceasta constând din amine, poliamine,
primare, secundare și diamine terțiare.

19 Documentul **WO 2009113027 (A1)** se referă la nanotuburi de carbon funcționalizate,
incluse în rășina epoxi și la procedee de formare a acestora, cu aplicații în electronică.
21 Compoziția constă din nanotuburi de carbon multistrat, funcționalizate cu reactanți organolitici,
epiclorhidrină, glicidol și rășină epoxidică.

23 Dezavantajul acestor metode este acela că matricele polimerice adivate cu pulberi au
un nivel de omogenitate scăzut, datorită tendinței de aglomerare a nanoparticulelor. Acest
25 neajuns are un efect nedorit asupra performanțelor compozitelor. Lipsa unei dispersii cores-
punzătoare a nanoparticulelor în matricea polimerică afectează proprietățile electrice, termice,
27 mecanice și tribologice ale materialului compozit.

29 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unei matrici polimerice
cu o bună dispersie a nanotuburilor de carbon, datorită prezenței amidonului, care asigură
31 creșterea performanțelor electrice, termice, mecanice și tribologice ale compozitului din care
aceasta face parte.

33 Obiectul invenției este o matrice epoxidică, aditivată cu nanotuburi de carbon (MWCNT)
și amidon, caracterizată prin aceea că este alcătuită din rășină epoxidică (prepolimer reactiv cu
grupări epoxi, cu 75...78% bisfenol A), întăritor rapid (amine alifatiche modificate), amidon solubil,
35 10% fracție volumică și nanotuburi de carbon, 2% fracție volumică.

37 Sistemul epoxidic EIPHEN RE 4020 - EIPHEN DE 4020 este format din rășină
epoxidică EIPHEN RE 4020 (prepolimer reactiv cu grupări epoxi) și întăritorul rapid EIPHEN
DE 4020 (amine alifatiche modificate), cu timp de gel de 45 min și timp de polimerizare de 24 h,
39 la temperatura ambiantă, 20°C.

41 Prezența amidonului în rășină îmbunătățește dispersia nanotuburilor de carbon, care
asigură proprietăți electrice, termice și mecanice superioare, în raport cu rășina neaditivată.
43 Matricea epoxidică, conform invenției, conține amidon în proporție de 10% fracție volumică și
MWCNT în proporție de 2% fracție volumică.

45 Rășina epoxidică este un lichid translucid, de culoare galbenă deschisă, cu densitatea
de 1,15 g/cm³ (la 25°C) și viscozitatea Brookfield de 2200 mPaxs (la 25°C). Rășina și întăritorul
rapid au fost achiziționate de la reprezentantul firmei Bostik. Sistemul rășină-întăritor este
47 constituit din 100 părți rășină epoxidică și 30 părți întăritor, în conformitate cu indicațiile din fișa
tehnică a produsului.

49 Nanotuburile de carbon cu pereți multipli, având caracteristicile: puritate 95% fracție
volumică, diametrul exterior ≤ 8 nm, diametrul interior 2...5 nm și lungimea 10...30 μm, au fost
51 achiziționate de la firma americană Cheap Tubes Inc.

RO 128730 B1

Amidonul solubil este un compus termodegradabil care, adăugat unei rășini epoxidice, conduce la neutralizarea ușoară a acesteia, la încheierea ciclului de viață. Este cunoscut faptul că amidonul dizolvat în lichide realizează propriile structuri, care, în cazul rășinii epoxidice, se conservă după polimerizare și conduce la obținerea unor materiale cu proprietăți mecanice superioare. Amidonul introdus într-un amestec pre-polimeric (amestecul rășină - întăritor) contribuie la obținerea unei dispersii mai bune a pulberilor nanometrice care, în mod normal, generează agregate în interiorul matricii polimerice (nanotuburi de carbon, negru de fum, ferite, etc). Amidonul este ușor de funcționalizat și poate fi folosit ca vector pentru plasarea unor ioni metalici în matricea polimerică pentru a asigura îmbunătățirea conductivității electrice a matricii.	1
Teste experimentale au evidențiat faptul că rășina epoxidică, având 10% fracție volumică de amidon și 2% fracție volumică nanotuburi de carbon, contribuie la îmbunătățirea proprietăților mecanice și de uzură ale compozitului polimeric.	3
Cercetările de laborator au indicat faptul că rezultatele obținute sunt superioare în cazul în care dispersia amidonului se face în întăritor (a doua componentă a sistemului epoxidic) sau în amestecul pre-polimeric.	5
Procedeul de obținere a materialului compozit cuprinde următoarele etape:	7
1. Obținerea combinației pre-polimerice (rășină + întăritor), constituită din 100 părți rășină epoxidică și 30 părți întăritor, într-un vas de sticlă, și amestecarea acesteia cu un mixer mecanic, pentru uniformizare, timp de 15 min, la temperatura ambiantă, 20°C.	9
2. Adăugarea amidonului, în proporție de 10% fracție volumică, și amestecare timp de 20 min, la temperatura ambiantă, 20°C.	11
3. Adăugarea nanotuburilor de carbon cu pereți multipli, în proporție de 2% fracție volumică, și amestecare timp de 5 min, la temperatura ambiantă, 20°C.	13
4. Turnarea materialului compozit în matrită, urmată de polimerizare naturală, timp de 14 zile.	15
5. Tratarea termică în etuvă, conform recomandărilor din fișa tehnică a produsului.	17
Matricea epoxidică aditivată cu amidon și nanotuburi de carbon, conform invenției, are următoarele avantaje:	19
- asigură o bună dispersie a nanotuburilor de carbon în materialul compozit;	21
- conferă rezistență la uzură, modul de elasticitate la încovoiere și rezistență la abraziune superioare, în raport cu rășina pură;	23
- are conductivitate termică și electrică mai bună decât rășina neaditivată;	25
- este ușoară și rigidă;	27
- este un material ieftin;	29
- tehnologia de obținere este simplă și ieftină.	31
Dezvoltarea unor compozite epoxidice cu nanotuburi de carbon și amidon, cu proprietăți fizice îmbunătățite, vizează înlocuirea unor piese și structuri metalice, în producția de automobile, nave și aeronave. Câteva exemple de aplicații sunt: panouri de bord, uși, carcase de ecranare, eleroane, cârme, structuri ușoare, etc.	33
Este prezentat, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura, care reprezintă o placă realizată din matricea epoxidică, prin utilizarea următoarelor materiale:	35
- sistemul epoxidic EPIPHEN RE 4020 - EPIPHEN DE 4020 este format din rășină epoxidică EPIPHEN RE 4020 (prepolimer reactiv cu grupări epoxi) și întăritorul rapid EPIPHEN DE 4020 (amine alifatiche modificate), cu timp de gel de 45 min și timp de polimerizare de 24 h (la temperatura ambiantă, 20°C).	37
- amidon solubil;	39
- nanotuburi de carbon cu pereți multipli (MWCNT) 95% fracție volumică, cu diametrul exterior < 8 nm, diametrul interior 2...5 nm și lungimea 10...30 μm.	41
Placa prezentată în figură a fost obținută prin aplicarea celor 5 etape ale procedurii descris anterior, asupra materialelor indicate mai sus.	43
	45
	47
	49

RO 128730 B1

1

Revendicare

3

Matrice epoxidică, aditivată cu nanotuburi de carbon și amidon, **caracterizată prin aceea că** este alcătuită dintr-o rășină epoxidică de tip prepolimer reactiv cu grupări epoxi,

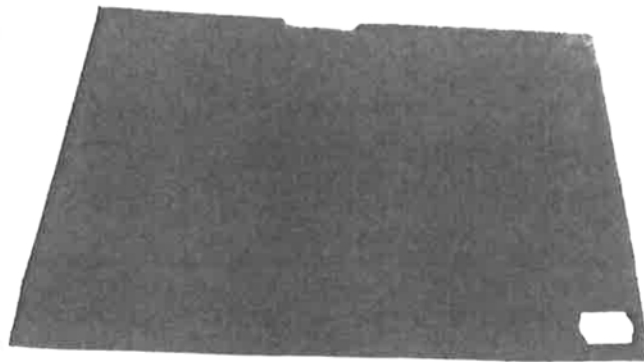
5

întăritor rapid pe bază de amine alifatică modificate, amidon solubil 10% fracție volumică și nanotuburi de carbon cu pereți multipli 2% fracție volumică.

(51) Int.Cl.

B2B 3/00 (2006.01);

C01B 31/02 (2006.01)



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 232/2017