



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01400**

(22) Data de depozit: **15.12.2011**

(41) Data publicării cererii:  
**30.08.2013** BOPI nr. **8/2013**

(71) Solicitant:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,  
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **DIMONIE OLGA DOINA AFINA,  
ALEEA BAI A DE ARIEȘ NR.2, BL.7, AP.2,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **CONSTANTIN VIRGIL, STR.TULNICI  
NR.10, BL.40, SC.2, ET.2, AP.72,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PETRACHE MARIUS, STR. LAURILOR  
NR. 2, BL. 35A, SC. C, ET. 4, AP. 59,  
PLOIEȘTI, PH, RO**

(54) **SOLUȚIE POLIMERICĂ, BITUMINOASĂ, PENTRU  
PROTECȚIA SUPRAFEȚELOR METALICE, ȘI PROCEDEU DE  
OBTINERE A ACESTEIA**

(57) Rezumat:

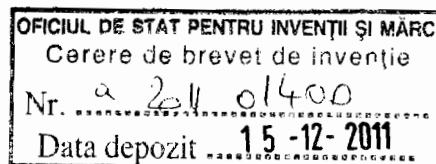
Invenția se referă la o compoziție polimerică, bituminoasă, pentru protecția suprafețelor metalice, inferioare, ale autoturismelor, și la un procedeu de obținere a acesteia. Compoziția conform invenției este constituită din 13...15% o primă componentă, reprezentată dintr-un amestec polimeric, bituminos, alcătuit din 12...44% etastomer, 9...35% bitum, până la 26...34% aditiv de adezivitate, până la 19...21% umpluturi, și 85...87% o a doua componentă constând din benzină.

Procedeu conform invenției constă în amestecarea componentelor în două etape, la o temperatură de 110...135°C, cu o viteză de rotație de 75...100 rot/min, după care se solubilizează amestecul obținut, cu benzină.

Revendicări: 8  
Figuri: 2



**SOLUTIE POLIMERICA BITUMINOASA PENTRU PROTECTIA  
ANTICOROZIVA A SUPRAFETELOR METALICE SI PROCEDEU DE  
OBTINERE A ACESTEIA**



Inventia se refera la o solutie polimerica bituminoasa cu utilizare la protectia anticoroziva a suprafetelor metalice si la un procedeu de obtinere a acestei solutii.

Se cunoaste, din brevetul nr. RO117857 B1, un covor hidroizolant format dintr-un amestec constituit din bitum sau reziduu de vid, polimeri inferiori ai polietilenei de inalta densitate, copolimer binar sau ternar, deseuri de polietilena, umpluturi minerale si polipropilena atactica. Brevetul mai contine un procedeu de obtinere a covorului hidroizolant care consta din amestecarea bitumului cu polimerii la o temperatura de 160-180 °C, timp de 30-120 min., dupa care amestecul rezultat se preseaza sau se calandreaza rezultand un produs cu caracteristici hidroizolante.

Din brevetul RO114900 B se cunoaste un procedeu de obtinere a unor amestecuri de bitum si polimer termoplastic care consta in reactia la temperatura de 160-200 °C, timp de 15-120 min., a unui produs bituminos cu un polimer termoplastic, reactie urmata de diluare cu bitum sau cu un component bituminos astfel incat in final sa rezulte o concentratie de 2.5-15% in polimer sau in raport gravimetric de produs bituminos / polimer de 98/2-94/6.

Din brevetul RO121600 B1 se cunoaste un insonorizant in dublu sau triplu strat constituit din cauciuc etilen-propilen-dienic, polietilena, polipropilena, stearina, ulei naftenic, negru de fum, talc, caolin, perliflor, calciu, oxid de zinc si bitum si un strat din spuma poliuretana fonoabsorbanta polimerizabila la rece.

Din brevetul RO108352 B1 se cunoaste un procedeu de preparare a unor compozitii bitum-cauciuc conform caruia, dupa incorporarea in bitum a unui polimer de tip cauciuc se introduce un amestec de agenti de vulcanizare constituit din sulf elementar si un derivat de sulf in proportie de 0.1%.

Solutiile tehnice prezente in stadiul tehnicii prezinta dezavantajul ca nu pot fi extinse si utilizate si in alte domenii, uneori chiar si dupa modificari de fond.

Problema tehnica pe care o rezolva inventia este gasirea componentelor, a modului de asociere a acestora si a procedurii de lucru care conduce la realizarea unei solutii polimerice bituminoase standard adecvata utilizarii de ex. ca protectie anti-coroziiva, anti-abraziva si anti-vibratie a partilor metalice inferioare ale autoturismelor (fig.nr.1).

Solutia de protectie a autovehiculelor realizabila conform inventie contine 13-15% dintr-o prima componenta constituita dintr-un compozit polimeric bituminos si 85-87% dintr-o a doua componenta care este un solvent convenabil selectat care dizolva compozitul polimeric bituminos.

Prima componenta este un compozit polimeric bituminos cu comportare vasco – elastica, care are elasticitate si modul de rezilienta capabil sa preia eforturi mecanice ridicate si sa transforme energia cinetica in caldura, foarte aderent la metal, cu foarte bune proprietati abrazive si de amortizare a zgomotului, flexibil la temperaturi negative, rezistent la oboseala, rezistent la imbatranire, impermeabil la apa, rezistent la actiunea solventilor, cu histerezis mic si sensibilitate extrem de redusa la schimbarile de temperatura si frecventa din intervale specifice largi, fara fluaj,. Acest material este de tipul compozitelor polimerice bituminoase si a rezultat din folosirea anumitor tipuri de polimeri in combinatii speciale cu alte clase de materiale. A doua componenta care intra in compozitia solutiilor de protectie a autoturismelor este un solvent astfel selectat incat solubilizeaza prima componenta reprezentata de compozitul polimeric bituminos.

Compozitul polimeric bituminos este format din: 2 – 70 %, de preferinta 12-44%, elastomer care asigura proprietati vasco –elastice, 9-35% bitum, de preferinta 10 - 20 %, pana la 26% - 34 % agent pentru adeziune la suprafetele metalice care are rolul de a evita desprinderea peliculei polimerice bituminoase care se formeaza dupa evaporarea solventului de pe suprafata metalica. Compozitul polimeric bituminos mai contine 5 – 50 % de preferinta 19 – 21 %

umpluturi astfel combinate incat optimizeaza proprietatile de utilizare si asigura caracterul tixotropic al solutiei.

Procedeul de realizare a solutiei polimerice bituminoase destinate protectie standard anti-corozive, anti-vibratie si anti – abrazive a suprafetelor metalice inferioare ale autoturismelor conform inventiei consta din doua faze, prima in care se realizeaza compozitul polimeric bituminos si a doua in care acest compozit este dizolvat intr-un solvent convenabil ales.

Elastomerul care intra in compozitia compozitului polimeric bituminos si care are rolul de a asigura proprietati vasco – elastice, rezistenta la oboseala, flexibilitate pe intervale largi de temperatura si frecventa, elasticitate si modul de rezilienta capabil sa preia eforturi mecanice ridicate si sa transforme energia cinetica in caldura, este cauciucul natural, cu un continut de 0.42-0.46 % de cenusa, de 0.24-0.26 % materiale volatile, 36-38 plasticitate initiala Wallace (P0) si de 0.049-0.075 % wt. impuritati retinute pe un orificiu de 44  $\mu$ .

Bitumul care intra in compozitia amestecului polimeric bituminos este de tip H 82/ 92 cu punct de inmuiere inel si bila 82-92°C, penetratie la 25°C de 10-20 1/10mm.

Umpluturile care intra in compozitia amestecului polimeric bituminos au rol de a controla proprietatile de abraziune, proprietatile reologice, de a controla fluajul, de a creste rezistenta la imbatranire, de a optimiza comportarea la actiunea solventilor si aplicarea pe suprafetele metalice prin eliminarea sagetii si reducerea timpului de uscare si de a imbunatati proprietatile mecanice precum rezistenta la rupere, la soc, la abraziune, elasticitate, comportarea la uzura, comportarea la frictiune, adeziune, contractie etc., de a reduce vibratiile si histerezisul, si poate fi CaCO<sub>3</sub> cu diametrul mediu de 1,4  $\mu$ m, suprafata specifica de 7 m<sup>2</sup>/g, densitate aparenta in vrac de 0,45 / 0,95 g/cc, sau / si silice amorfa precipitata cu diametrul mediu (d50) de 3,5  $\mu$ m, BET 400 m<sup>2</sup>/g, absorbtie de ulei (DOP) 370 ml/100g si/sau negru de fum cu proprietatile densitate in vrac de 100 -120 kg/m<sup>3</sup>, greutatea specifica 0,1 – 0,12 g/cm<sup>3</sup>.

Agentii de imbunatatire a adeziunii la interfata membranei polimerice bituminoasa polimerice cu suprafatele metalice inferioare ale automobilelor sunt de tipul rasinilor care au un punct de inmuiere  $119^{\circ}\text{C}$ , masa moleculara medie numerica (Mn) de 1099 g/mol, temperatura de tranzitie sticloasa (Tg) de  $72^{\circ}\text{C}$  si /sau rasina indenica cu punct de topire de  $80^{\circ}\text{C}$ , greutate specifica  $1,10\text{ g/cm}^3$ , continut de volatile de max.0,4 %.

Solventul in care se dizolva compozitul polimeric bituminos este benzina cu densitatea la  $15^{\circ}\text{C}$ , de  $750\text{ kg/m}^3$ , punctul initial de fierbere de  $75^{\circ}\text{C}$ , distilat pana la  $115^{\circ}\text{C}$  de 98% (v/v), continut de hidrocarburi aromatice 13,71 % m/m

Procedeele de obtinere a solutiei polimerice bituminoase consta in aceea ca, se amesteca intr-o prima etapa, elastomerul cu bitumul intr-un malaxor timp de 5-7 min, la o temperatura de  $110-135^{\circ}\text{C}$ , cu o viteza de rotatie de 75-100 rot/min urmat de adaugarea umpluturilor dupa care se malaxeaza inca 7-15 min pastrand temperatura si viteza de rotatie constante, se adauga aditivul pentru adezivitate si se continua malaxarea inca 10-20 min dupa care, intr-o a doua etapa, se solubilizeaza amestecul obtinut intr-un solvent corespunzator selectat (fig.nr.2).

Avantajele aplicarii solutiei tehnice conform inventiei constau in aceea ca:

- Peliculele polimerice bituminoase care se formeaza dupa evapoarea solventului, pe suprafetele metalice inferioare ale autovehiculelor pe care s-au depus solutiile conform inventiei, satisfac exigentele domeniului de utilizare prin aceea ca au elasticitate permanenta, o foarte buna aderenta la suportul metalic care vibreaza, sunt impermeabile la apa, nu sunt lipicioase, au rezistenta buna la caldura si flexibilitate corespunzatoare la temperaturi scazute sunt anti-corozive, anti-vibratie, si anti - abrazive, sunt rezistenta la imbatranire, au stabilitate la stocare;
- Peliculele rezultate dupa uscarea solutiei polimerice bituminoase depusa pe suportul metalic asigura protectie mecanica deoarece nu se deterioreze prin fisurare, ruperea peliculei de protectie, desprindere de pe suportul metalic sub actiune mecanica abraziva repetata, cu frecventa necotrolata, de durata (ex. loviri cu pietre etc.).

- Solutiile de protectie a autoturismelor realizabile conform inventiei nu necesita timpi lungi de formare a peliculei protectoare iar acestea asigura protectia de durata a caroseriei impotriva ruginirii, dedesuptului podelei, la orice tip de autovehicul. Aceste solutii se pot folosi si pentru reparatii auto intrucat impiedica si/ sau opresc procesul de ruginire;
- Solutiile de protective realizabile conform inventiei au timp de uscare scurt, au o fluiditate care face posibila aplicarea in strat subtire, prin pensulare, sau sprayere, nu uzeaza dispozitivele cu care se aplica iar pretul de cost este avantajos;
- Solutiile polimerice bituminoase realizabile conform inventiei se pot aplica cu usurinta in strat subtire si se pot folosi la temperaturi intre  $-26^{\circ}\text{C}$  ...  $+50^{\circ}\text{C}$ ;
- Solutiile polimerice bituminoase realizabile conform inventiei se realizeaza din materiale care nu sunt costisitoare iar procedeul de realizare este usor controlabil in conditii practice;
- Atat solutiile polimerice bituminoase realizabile conform inventiei cat si compozitul bituminos polimeric activ pot fi utilizate si in alte industrii, cum ar fi in constructii;

Se dau in continuare doua exemple de realizare a solutiei polimerice bituminoase prin procedeul conform inventiei.

### **Exemple de realizare**

#### **Exemplu 1**

Intr-un malaxor Brabender se amesteca 44 parti in greutate cauciuc natural cu 9 parti in greutate bitum H82/92 timp de 5-7 min la o temperatura de  $120^{\circ}\text{C}$  cu o viteza de rotatie de 80 rot/min. Se adauga simultan 19 parti in greutate  $\text{CaCO}_3$  si 2 parti in greutate negru de fum continuand malaxarea inca 7 min la aceeasi temperatura si viteza de rotatie. Se adauga 26 parti in greutate Escorez 1401 si se continua malaxarea inca 10 min. Din amestecul astfel obtinut se iau 13 parti in greutate si se dilueaza cu 87 parti in greutate benzina 80/115. Se obtine o solutie cu viscozitate de  $148.8^{\circ}\text{Engler}$  si concentratie de 20% substanta solida.

## Exemplu 2

In mod similar exemplului 1, se amesteca 12 parti in greutate cauciuc natural cu 35 parti in greutate bitum H82/92 timp de 7 min la o temperatura de  $110^{\circ}\text{C}$  cu o viteza de rotatie de 90 rot/min urmata de adaugare simultana de 17 parti in greutate Tixosil 331, 34 parti in greutate rasina indenica si 2 parti in greutate negru de fum. Din amestecul astfel obtinut se iau 15 parti in greutate care se dilueaza cu 85 parti in greutate benzina 80/115. Solutia rezultata are foarte bune proprietati aderente si de protectia a suprafetelor metalice, aceasta comportandu-se foarte bine la testele in utilizare in sensul ca dupa 3 ani a ramas aderenta.

### Revendicari:

1. Solutie polimerica bituminoasa standard, pe baza de elastomer pentru protectia anti – corozive, anti – abraziva si anti – vibratie a suprafetelor metalice inferioare ale autoturismelor **caracterizata prin aceea ca** este constituita din: 13-15% dintr-o prima componenta constand dintr-un compozit polimeric bituminos si din 85-87% dintr-o a doua componenta formata dintr-un solvent convenabil selectat astfel incat sa dizolve primul component.
2. Solutie polimerica bituminoasa standard conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** compozitul polimeric bituminos este format din: 12-44% elastomer, 9-35% bitum H82/92, pana la 26%, rasina Escorez 1401, pana la 34% rasina cumaron indenica, pana la 17% silice precipitata amorfa tip Tixosil 331, pana la 19% Ca CO<sub>3</sub>, 2% negru de fum;
3. Solutie polimerica bituminoasa standard pentru protectia autoturismelor conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** elastomerul care intra in compozitia compozitului polimeric bituminos este cauciuc natural, cu un continut de 0.42-0.46 % de cenusa, de 0.24-0.26 % materiale volatile, 36-38 plasticitate initiala Wallace (P0) si de 0.049-0.075 % wt. impuritati retinute pe un orificiu de 44 μ;
4. Solutie polimerica bituminoasa standard conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** bitumul care intra in compozitia compozitului polimeric bituminos este de tip H 82/ 92 cu punct de inmuiere inel si bila 82-92°C, penetratie la 25<sup>0</sup>C de 10-20 1/10mm;
5. Solutie polimerica bituminoasa standard pentru protectia autoturismelor conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** umpluturile care intra in compozitia compozitului polimeric bituminos au rol de a reduce vibratiile, controla proprietatile de abraziune, reologice, de a optimiza aplicarea pe suprafetele metalice prin eliminarea sagetii si reducerea timpului de uscare poate fi CaCO<sub>3</sub> cu diametrul mediu de 1,4 μm, suprafata specifica de 7 m<sup>2</sup>/g, densitate aparenta in vrac de 0,45 / 0,95 g/cc, sau / si silice amorfa precipitata cu diametrul mediu (d50) de 3,5 μm, BET 400 m<sup>2</sup>/g, absorbtie de ulei (DOP) 370 ml/100g si/sau negru



de fum cu proprietatile densitate in vrac de 100 -120 kg/m<sup>3</sup>, greutatea specifica 0,1 – 0,12 g/cm<sup>3</sup>;

6. Solutie polimerica bituminoasa standard conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** agentii de imbunatatire a adeziunii la interfata membranei bituminoasa polimerice – suprafata metalica sunt rasini cumaronice care au un punct de inmuiere 119 °C, masa moleculara medie numerica (Mn) de 1099 g/mol, temperatura de tranzitie sticloasa (Tg) de 72 °C si /sau rasini indenice cu punct de topire de 80 °C, greutate specifica 1,10 g/cm<sup>3</sup>, continut de volatile de max.0,4 %.
7. Solutie polimerica bituminoasa standard conform revendicarii 1, **caracterizata prin aceea ca** solventul in care se dizolva compozitul polimeric bituminos este benzina cu densitatea la 15°C, de 750 kg/m<sup>3</sup>, punctul initial de fierbere de 75 °C, distilat pana la 115 °C de 98% (v/v), continut de hidrocarburi aromatice 13,71 % m/m
8. Procedeu de obtinere a unei solutii polimerice bituminoase pentru protectia autoturismelor definit in revendicarea 1 **caracterizat prin aceea ca** se amesteca intr-o prima etapa cauciuc natural cu bitum intr-un malaxor timp de 5-7 min, la o temperatura de 110-135°C, cu o viteza de rotatie de 75-100 rot/min urmat de adaugare simultan de CaCO<sub>3</sub> negru de fum sau silice precipitata amorfa si negru de fum dupa care se malaxeaza inca 7-15 min pastrand temperatura si viteza de rotatie constante, se adauga aditivul pentru adezivitate sau rasina indenica si se continua malaxarea inca 10-20 min dupa care, intr-o a doua etapa, se solubilizeaza amestecul obtinut in benzina 80/115.

FIGURI

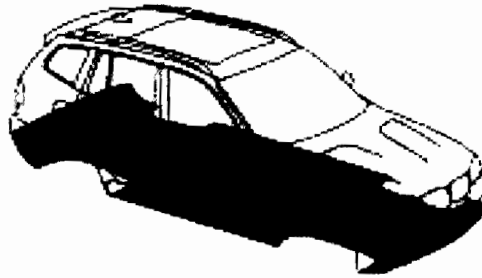


Fig.nr. 1 Zone ale autoturismelor care pot fi protejate cu solutia polimerica bituminoasa realizabila conform inventiei

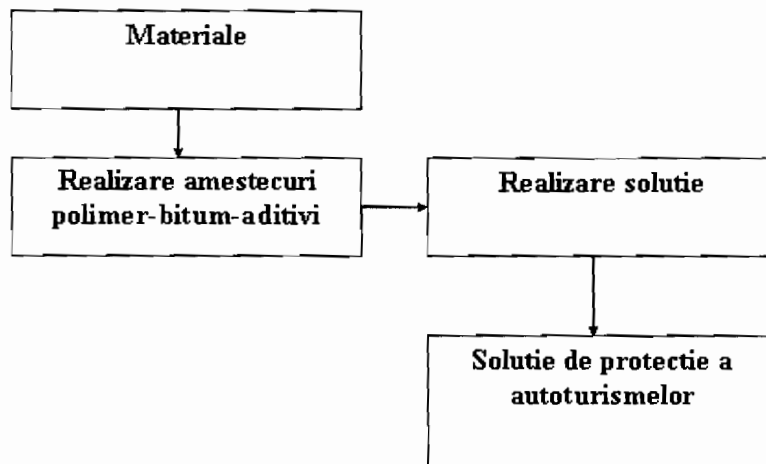


Fig. nr. 2 Procedul de realizare a solutiei polimerice bituminoase destinate protectie standard anti-corozive, anti-vibratie si anti - abrazive a autoturismelor