



(11) **RO 128742 B1**

(51) **Int.Cl.**

C08L 23/16 (2006.01),

C08L 95/00 (2006.01),

C09K 3/12 (2006.01),

B60R 13/08 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

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

(22) Data de depozit: **15/12/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **26/02/2016** BOPI nr. **2/2016**

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

(73) Titular:
• **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 BAIA 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.35 A, SC.C, ET.4, AP.59,
PLOIEȘTI, PH, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 117857 B1; RO 121600 B1

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

Examinator: ing. **TEODORESCU DANIELA**



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

RO 128742 B1

RO 128742 B1

1 Invenția se referă la o soluție polimerică bituminoasă, cu utilizare la protecția anticoro-

2 zivă a suprafețelor metalice, și la un procedeu de obținere a acestei soluții.

3 Se cunoaște, din brevetul **RO 117857 B1**, un covor hidroizolant format dintr-un ames-

4 tec constituit din bitum sau reziduu de vid, polimeri inferiori ai polietilenei de înaltă densitate,

5 copolimer binar sau ternar, deșeuri de polietilenă, umpluturi minerale și polipropilenă atactică.

6 Brevetul mai conține un procedeu de obținere a covorului hidroizolant, care constă din

7 amestecarea bitumului cu polimerii la o temperatură de 160...180°C, timp de 30...120 min,

8 după care amestecul rezultat se presează sau se calandrează, rezultând un produs cu

9 caracteristici hidroizolante.

10 Din brevetul **RO 114900 B** se cunoaște un procedeu de obținere a unor amestecuri

11 de bitum și polimer termoplastice, ce constă în reacția la temperatura de 160...200°C, timp de

12 15...120 min, a unui produs bituminos cu un polimer termoplastice, reacție urmată de diluare

13 cu bitum sau cu un component bituminos, astfel încât în final să rezulte o concentrație de

14 2,5...15% în polimer sau în raport gravimetric de produs bituminos/polimer de 98/2...94/6.

15 Din brevetul **RO 121600 B1** se cunoaște un insonorizant în dublu sau triplu strat,

16 constituit din cauciuc etilen-propilen-dienic, polietilenă, polipropilenă, stearină, ulei naftenic,

17 negru de fum, talc, caolin, perliflor, calciu, oxid de zinc și bitum, și un strat din spumă poliure-

18 tanică fonoabsorbantă, polimerizabilă la rece.

19 Din brevetul **RO108352 B1** se cunoaște un procedeu de preparare a unor compoziții

20 bitum-cauciuc conform căruia, după încorporarea în bitum a unui polimer de tip cauciuc, se

21 introduce un amestec de agenți de vulcanizare constituit din sulf elementar și un derivat de

22 sulf în proporție de 0,1%.

23 Soluțiile tehnice din stadiul tehnicii prezintă dezavantajul că nu pot fi extinse și

24 utilizate și în alte domenii, uneori chiar și după modificări de fond.

25 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este găsirea componentelor, a modului

26 de asociere a acestora și a procedurii de lucru care conduce la realizarea unei soluții

27 polimerice bituminoase standard adecvată utilizării, de exemplu, ca protecție anticorozivă,

28 antiabrazivă și antivibrație a părților metalice inferioare ale autoturismelor, în modul regăsit

29 în fig. 1, care prezintă zonele autoturismelor care pot fi protejate cu soluția polimerică

30 bituminoasă.

31 Soluția de protecție a autovehiculelor, realizată conform invenției, conține 13...15%

32 dintr-o primă componentă, constituită dintr-un compozit polimeric bituminos, și 85...87%

33 dintr-o a doua componentă, care este un solvent convenabil selectat, care dizolvă compozitul

34 polimeric bituminos.

35 Prima componentă este un compozit polimeric bituminos cu comportare vâsco-

36 elastică, ce are elasticitate și modul de reziliență capabil să preia eforturi mecanice ridicate,

37 și să transforme energia cinetică în căldură, foarte aderent la metal, cu foarte bune proprie-

38 tăți abrazive și de amortizare a zgomotului, flexibil la temperaturi negative, rezistent la

39 oboseală, rezistent la îmbătrânire, impermeabil la apă, rezistent la acțiunea solventilor, cu

40 histerezis mic și sensibilitate extrem de redusă la schimbările de temperatură și frecvență

41 din intervale specifice largi, fără fluaj. Acest material este de tipul compozitelor polimerice

42 bituminoase, și a rezultat din folosirea anumitor tipuri de polimeri în combinații speciale cu

43 alte clase de materiale. A doua componentă care intră în compoziția soluțiilor de protecție

44 a autoturismelor este un solvent astfel selectat, încât solubilizează prima componentă,

45 reprezentată de compozitul polimeric bituminos.

46 Compozițul polimeric bituminos este format din: 2...70%, de preferință 12...44%

47 elastomer care asigură proprietăți vâscoelastice, 9...35% bitum, de preferință 10...20%, până

48 la 26%...34% agent pentru adeziune la suprafețele metalice, cu rolul de a evita desprinderea

RO 128742 B1

peliculei polimerice bituminoase care se formează după evaporarea solventului de pe suprafața metalică. Compozitul polimeric bituminos mai conține 5...50%, de preferință 19...21% umpluturi astfel combinate, încât optimizează proprietățile de utilizare și asigură caracterul tixotrop al soluției. 1 3

Procedeul de realizare a soluției polimerice bituminoase, destinate protecției standard anticorozive, antivibrație și antiabrazive a suprafețelor metalice inferioare ale autoturismelor, conform invenției, constă din două faze: prima - în care se realizează compozitul polimeric bituminos, și a doua - în care acest compozit este dizolvat într-un solvent convenabil ales. 5 7

Elastomerul care intră în compoziția compozitului polimeric bituminos și are rolul de asigurare a proprietății vâscoelastice, rezistență la oboseală, flexibilitate pe intervale largi de temperatură și frecvență, elasticitate și modul de reziliență capabil să preia eforturi mecanice ridicate, și să transforme energia cinetică în căldură, este cauciucul natural, cu un conținut de 0,42...0,46% cenușă, 0,24...0,26% materiale volatile, 36...38 plasticitate inițială Wallace (P0) și de 0,049...0,075% greutate impurități reținute pe o sită de 44 μm. 9 11 13

Bitumul care intră în compoziția amestecului polimeric bituminos este de tip H 82/92, cu punct de înmuiere înel și bilă 82...92°C, penetrație la 25°C de 10...20, 1/10 mm. 15

Umpluturile care intră în compoziția amestecului polimeric bituminos au rol de a controla proprietățile de abraziune, proprietățile reologice, de a controla fluajul, de a crește rezistența la îmbătrânire, de a optimiza comportarea la acțiunea solventilor și aplicarea pe suprafețele metalice, prin eliminarea săgeții și reducerea timpului de uscare, și de a îmbunătăți proprietățile mecanice precum rezistența la rupere, la șoc, la abraziune, elasticitate, comportarea la uzură, comportarea la fricțiune, adeziune, contracție etc., de a reduce vibrațiile și histerezisul, și poate fi CaCO₃ cu diametrul mediu de 1,4 μm, suprafața specifică de 7 m²/g, densitate aparentă în vrac de 0,45/0,95 g/cc, sau/și silice amorfă precipitată cu diametrul mediu (d50) de 3,5 μm, BET 400 m²/g, absorbție de ulei (DOP) 370 ml/100 g și/sau negru de fum cu proprietăți: densitate în vrac de 100...120 kg/m³, greutate specifică de 0,1...0,12 g/cm³. 17 19 21 23 25 27

Agentii de îmbunătățire a adeziunii la interfața membranei polimerice bituminoase cu suprafețele metalice inferioare ale automobilelor sunt de tipul rășinilor care au un punct de înmuiere 119°C, masa moleculară medie numerică (Mn) de 1099 g/mol, temperatura de tranziție sticloasă (Tg) de 72°C și/sau rășină indenică având punct de topire de 80°C, greutate specifică de 1,10 g/cm³, conținut de volatile de maximum 0,4%. 29 31

Solventul în care se dizolvă compozitul polimeric bituminos este benzină cu densitatea la 15°C, de 750 kg/m³, punctul inițial de fierbere de 75°C, distilat până la 115°C de 98% (vol/vol), conținut de hidrocarburi aromatice de 13,71% m/m. 33 35

Procedeul de obținere a soluției polimerice bituminoase constă în aceea că se amestecă, într-o primă etapă, elastomerul cu bitumul într-un malaxor timp de 5...7 min, la o temperatură de 110...135°C, cu o viteză de rotație de 75...100 rot/min, urmată de adăugarea umpluturilor, după care se malaxează încă 7...15 min, păstrând temperatura și viteza de rotație constante, se adaugă aditivul pentru adezivitate și se continuă malaxarea încă 10...20 min, după care, într-o a doua etapă, se solubilizează amestecul obținut într-un solvent selectat corespunzător, după cum se arată în fig. 2. Această figură prezintă etapele procedurii de realizare a soluției polimerice bituminoase destinate protecției standard anticorozive, antivibrație și antiabrazive a autoturismelor. 37 39 41 43

Avantajele aplicării soluției tehnice conform invenției constau în aceea că: 45

- peliculele polimerice bituminoase care se formează, după evaporarea solventului, pe suprafețele metalice inferioare ale autovehiculelor pe care s-au depus soluțiile conform invenției, satisfac exigențele domeniului de utilizare prin aceea că au elasticitate permanentă, 47

RO 128742 B1

1 o foarte bună aderență la suportul metalic ce vibrează, sunt impermeabile la apă, nu sunt
lipicioase, au rezistență bună la căldură și flexibilitate corespunzătoare la temperaturi
3 scăzute, sunt anticorozive, antivibrație și antiabrazive, sunt rezistente la îmbătrânire, au
stabilitate la stocare;

5 - peliculele rezultate după uscarea soluției polimerice bituminoase depuse pe suportul
metalic asigură protecție mecanică deoarece nu se deteriorează prin fisurare, ruperea
7 peliculei de protecție, desprindere de pe suportul metalic sub acțiune mecanică abrazivă
repetată, cu frecvența necotrolată, de durată (de exemplu, loviri cu pietre etc.);

9 - soluțiile de protecție a autoturismelor, realizabile conform invenției, nu necesită timp
lungi de formare a peliculei protectoare, iar acestea asigură protecția de durată a caroseriei
11 împotriva ruginirii dedesubtului podelei la orice tip de autovehicul. Aceste soluții se pot folosi
și pentru reparații auto, întrucât împiedică și/sau opresc procesul de ruginire;

13 - soluțiile de protecție realizabile conform invenției au timp de uscare scurt, au o flui-
ditate care face posibilă aplicarea în strat subțire, prin pensulare sau sprayere, nu uzează
15 dispozitivele cu care se aplică, iar prețul de cost este avantajos;

17 - soluțiile polimerice bituminoase realizabile conform invenției se pot aplica ușor în
strat subțire, și se pot folosi la temperaturi în intervalul $-26...+ 50^{\circ}\text{C}$;

19 - soluțiile polimerice bituminoase conform invenției se realizează din materiale care
nu sunt costisitoare, iar procedeul de realizare este ușor controlabil în condiții practice;

21 - atât soluțiile polimerice bituminoase realizabile conform invenției, cât și compozitului
bituminos polimeric activ pot fi utilizate și în alte industrii, cum ar fi în construcții.

23 Se dau în continuare două exemple de realizare a soluției polimerice bituminoase prin
procedeul conform invenției.

Exemplu 1

25 Într-un malaxor Brabender se amestecă 44 părți în greutate cauciuc natural cu 9 părți
în greutate bitum H 82/92 timp de 5...7 min, la o temperatură de 120°C , cu o viteză de rotație
27 de 80 rot/min. Se adaugă simultan 19 părți în greutate CaCO_3 și 2 părți în greutate negru de
fum, continuând malaxarea încă 7 min la aceeași temperatură și viteză de rotație. Se adaugă
29 26 părți în greutate Escorez 1401 și se continuă malaxarea încă 10 min. Din amestecul astfel
obținut se iau 13 părți în greutate și se diluează cu 87 părți în greutate benzină 80/115. Se
31 obține o soluție cu viscozitate de $148,8^{\circ}\text{Engler}$ și concentrație de 20% substanță solidă.

Exemplu 2

33 În mod similar exemplului 1, se amestecă 12 părți în greutate cauciuc natural cu 35
părți în greutate bitum H 82/92 timp de 7 min, la o temperatură de 110°C , cu o viteză de rota-
35 ție de 90 rot/min, urmată de adăugare simultană de 17 părți în greutate Tixosil 331, 34 părți
în greutate rășină indenică și 2 părți în greutate negru de fum. Din amestecul astfel obținut
37 se iau 15 părți în greutate, care se diluează cu 85 părți în greutate benzină 80/115. Soluția
rezultată are foarte bune proprietăți aderente și de protecție a suprafețelor metalice, aceasta
39 comportându-se foarte bine la testele în utilizare, în sensul că după 3 ani a rămas aderentă.

RO 128742 B1

Revendicări

1. Soluție polimerică bituminoasă standard, pe bază de elastomer pentru protecție anticorozivă, antiabrazivă și antivibrație a suprafețelor metalice inferioare ale autoturismelor, **caracterizată prin aceea că** este constituită din: 13...15% dintr-o primă componentă, constând dintr-un compozit polimeric bituminos, și din 85...87% dintr-o a doua componentă, formată dintr-un solvent convenabil selectat, astfel încât să dizolve prima componentă. 3 5 7
2. Soluție polimerică bituminoasă standard, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** respectivul compozit polimeric bituminos este format din: 12...44% elastomer natural, 9...35% bitum H 82/92, până la 26% rășină adezivă Escorez 1401, până la 34% rășină cumaron indenică, până la 17% silice precipitată amorfă, tip Tixosil 331, până la 19% CaCO₃ și 2% negru de fum. 9 11
3. Soluție polimerică bituminoasă standard, pentru protecția autoturismelor, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** elastomerul care intră în compoziția compozitului polimeric bituminos este cauciuc natural, cu un conținut de 0,42...0,46% cenușă, 0,24...0,26% materiale volatile, 36...38 plasticitate inițială Wallace (P0) și 0,049...0,075% în greutate impurități reținute pe o sită de 44 μm. 13 15 17
4. Soluție polimerică bituminoasă standard, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** bitumul care intră în compoziția compozitului polimeric bituminos este de tip H 82/92, cu punct de înmuiere înel și bilă de 82...92°C, penetrație la 25°C de 10...20 1/10 mm. 19
5. Soluție polimerică bituminoasă standard, pentru protecția autoturismelor, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** umpluturile care intră în compoziția compozitului polimeric bituminos, pentru reducerea vibrațiilor, controlul proprietăților de abraziune, reologice, optimizarea aplicării pe suprafețele metalice prin eliminarea săgeții și reducerea timpului de uscare, sunt alese dintre CaCO₃ cu diametrul mediu de 1,4 μm, suprafața specifică de 7 m²/g, densitate aparentă în vrac de 0,45/0,95 g/cc, și/sau silice amorfă precipitată, cu diametrul mediu, d 50, de 3,5 μm, suprafață specifică BET 400 m²/g, absorbție de ulei (DOP) 370 ml/100g și/sau negru de fum cu proprietățile: densitate în vrac de 100...120 kg/m³, greutate specifică de 0,1...0,12 g/cm³. 21 23 25 27 29
6. Soluție polimerică bituminoasă standard, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** agenții de îmbunătățire a adeziunii la interfața membranei bituminoase polimerice la suprafața metalică sunt rășini cumaronice care au un punct de înmuiere 119°C, masa moleculară medie numerică (Mn) de 1099 g/mol, temperatură de tranziție sticloasă, Tg, de 72°C și/sau rășini indenice cu punct de topire de 80°C, greutate specifică de 1,10 g/cm³, conținut de volatile de maximum 0,4%. 31 33 35
7. Soluție polimerică bituminoasă standard, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** solventul în care se dizolvă compozitul polimeric bituminos este benzină cu densitatea la 15°C de 750 kg/m³, punctul inițial de fierbere de 75°C, distilată până la 115°C de 98% în vol/vol, conținut de hidrocarburi aromatice de 13,71% masă/masă. 37 39
8. Procedeu de obținere a unei soluții polimerice bituminoase, pentru protecția autoturismelor, definită în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** se amestecă, într-o primă etapă, cauciucul natural cu bitum într-un malaxor timp de 5...7 min, la o temperatură de 110...135°C, cu o viteză de rotație de 75...100 rot/min urmată de adăugare simultană de CaCO₃, negru de fum sau silice precipitată amorfă și negru de fum, după care se malaxează încă 7...15 min, păstrând temperatura și viteza de rotație constante, se adaugă aditivul pentru adezivitate sau rășină indenică, și se continuă malaxarea încă 10...20 min după care, într-o a doua etapă, se solubilizează amestecul obținut în benzină 80/115. 41 43 45 47

(51) Int.Cl.
C08L 23/16 (2006.01),
C08L 95/00 (2006.01),
C09K 3/12 (2006.01),
B60R 13/08 (2006.01)

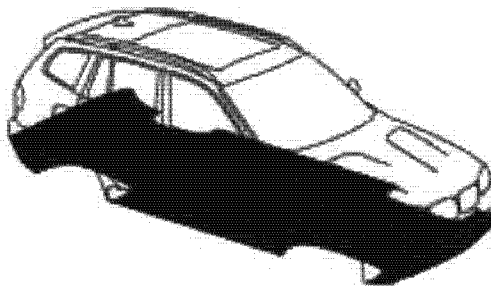


Fig. 1

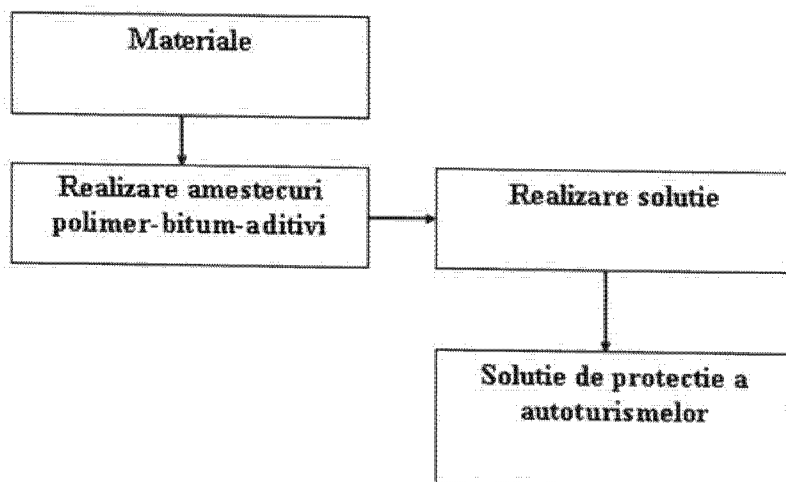


Fig. 2

