



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00572**

(22) Data de depozit: **28/07/2014**

(41) Data publicării cererii:
29/01/2016 BOPI nr. 1/2016

(71) Solicitant:
• **PĂTRAȘCU MARIANA,**
STR. GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA SYLVIU-AMUNDALA-RENAUD,**
BD.NICOLAE TITULESCU NR.94, BL.14 A,
SC.4, AP.171, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO

(72) Inventatori:
• **PĂTRAȘCU MARIANA,**
STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA SYLVIU-AMUNDALA-RENAUD,**
BD.NICOLAE TITULESCU NR.94, BL.14 A,
SC.4, AP.171, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO

(54) **NANOEMULSII HIDROFUGE PENTRU STABILIZAREA ANTISEPTICĂ A LEMNULUI, A MATERIALELOR CELULOZICE ȘI A CELOR DE NATURĂ MINERALĂ**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor nanoemulsii hidrofuge pentru stabilizarea antiseptică a lemnului. Procedeu conform invenției constă în aceea că un amestec preemulsionat, de ulei esențial de scorțișoară, anason, coriandru, cetină de negi, crizantemă și lavandă și/sau amestecurile acestora, ulei vegetal cu grad de nesaturare ridicat, agent tensioactiv anionic sau neionic și apă deionizată, se introduce într-o cavitate de microunde la o temperatură de

60...98°C, presiune normală timp de 1...60 min, la o putere maximă transmisă de 300...800 W și o frecvență de 2450 MHz, sub agitare magnetică sau mecanică, în condiții de atmosferă inertă de azot, în sistem discontinuu, după care se răcește amestecul de reacție, din care rezultă o nanoemulsie stabilă.

Revendicări: 4
Figuri: 8



Nanoemulsii hidrofuge pentru stabilizarea antiseptică a lemnului, a materialelor celulozice și a celor de natură minerală

Descrierea invenției

Invenția se referă la metoda de sinteză și compoziția nanoemulsiilor hidrofuge pe bază de extracte naturale cu activitate biocidă și beneficii multifuncționale, cum ar fi: proprietăți antifungice, antibacteriene și antiseptice pentru stabilizarea lemnului, materialelor celulozice și a celor de natură minerală.

Sunt cunoscute în literatură mai multe căi de sinteză și compoziții de produse pentru stabilizarea antiseptică a lemnului, materialelor celulozice și a celor de natură minerală printr-o varietate de mecanisme și configurații de metode și compoziții. Astfel, brevetele **US 6663830 B1**, **JP 2009256236**, **JP 10017426**, **WO 2012170026 A1** descriu compoziția și metodele de obținere a produselor antiseptice pentru tratarea lemnului, pe bază de biocide de sinteză.

Brevetul **JP 10017426** descrie metoda de obținere a unei compoziții antiseptice non-toxice pe bază de silicat de sodiu, acid boric, carbonat de potasiu, acid fosforic și extract de alge rosii din ordinul Ceramiales, Gigartinales, Gelidales, Cryptonemiales sau Palmariales, pentru tratarea lemnului prin pulverizare, impregnare sub presiune sau imersie. De asemenea, brevetul **US 20120100361** se referă la metoda de obținere a unor compuși antiseptici cu spectru larg de dezinfecție și sterilizare a lemnului și derivatelor acestuia: PAL, OSB, etc. Brevetul **US 20120328895** descrie metodele de pretratere a lemnului cu lichide ionice de tipul cationice și anionice la diferite concentrații, în vederea creșterii stabilității la acțiunea agenților biologici: termite, insecte, ciuperci, mușegaiuri.

Aceste metode de sinteză și produse, prezintă următoarele dezavantaje:

- Toxicitate ridicată față de mediu;
- Concentrații de lucru ridicate;
- Consum specific crescut;
- Eliberare necontrolată de substanță activă pe perioada de activitate a produsului antiseptic.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor produse antiseptice pe bază de nanoemulsii hidrofuge cu componente biologic active și o metodă de sinteză asistată de microunde de obținere a acestora, în vederea stabilizării antiseptice a lemnului, materialelor celulozice și a celor de natură minerală.

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MARCI Cerere de brevet de invenție Nr. <i>a 2014 00572</i> Data depozit <i>2.8.07.2014</i> ..

Nanoemulsiile hidrofuge cu componente biologice active, conform invenției, constau în aceea că materialul biologic activ, constând din uleiuri esențiale de scorțișoară, anason, coriandru, cetină de negi, crizantemă și lavandă, și/sau amestecurile acestora, este încapsulat într-un ulei vegetal cu grad de nesaturare ridicat de tipul: ulei de in, ulei de susan, ulei de soia, ulei de rapiță și emulsificat cu agenți tensioactivi anionici sau neionici și amestecurile lor, biopolimeri, alcool etilic sau alcool izopropilic, apă deionizată. Nanoemulsiile hidrofuge cu compoziția anterior prezentată sunt de tipul O/W (ulei în apă). Amestecul de reactanți este supus iradierii în câmp de microunde într-o cavitate rezonantă de tip multimode la temperatura de 60 – 98°C, presiune normală, timp de 1 – 60 min., la o putere maximă transmisă de 300 – 800 W și o frecvență de 2450 MHz, sub agitare magnetică sau mecanică, în condiții de atmosferă inertă de azot, în sistem discontinuu.

Compoziția chimică și procedeul conform invenției prezintă numeroase avantaje:

- Utilizarea nanoemulsiilor în domeniul protecției lemnului reprezintă o noutate în domeniu;
- Utilizarea nanoemulsiilor cu eliberare controlată de substanță activă pe perioada de activitate a produsului antiseptic în funcție de condițiile de mediu (umiditate, temperatură);
- Nanoemulsiile hidrofuge sunt produse "smart intelligence";
- Sinteza asistată de microunde este un procedeu rapid, selectiv, nepoluant, care decurge cu viteză mare de reacție, ușor de controlat din punct de vedere tehnologic;
- Sinteza asistată de microunde controlează foarte riguros toate etapele mecanismului de formare a nanoemulsiilor din punct de vedere al dimensiunii și distribuției.

În cavitatea de microunde, se introduce amestecul preemulsionat de ulei esențial, ulei nesaturat, surfactant și/sau amestecul de surfactanți și apă deionizată, se pornește agitare și se creează atmosfera inertă. Se reglează parametrii operaționali: timp, temperatură, putere de microunde, viteza de agitare și debitul de gaz inert. Reacția de formare a nanoemulsiei se desfășoară în condițiile tehnologice impuse, după care amestecul de reacție se răcește la temperatura camerei și se depozitează.

Se prezintă, în continuare, câteva exemple nelimitative de aplicare a prezentei invenții.

Exemplul 1. Se cântăresc pe balanța tehnică materiile prime în ordinea următoare: 3 – 10 g ulei esențial de scorțișoară, 5 – 10 g ulei esențial de anason, 5 – 15 g ulei de in, 10 – 20 g surfactant anionic, care se introduc în vasul de preemulsionare, se pornește agitarea mecanică și se menține la o turație de 300 rpm timp de 30 min.

Se cântărește pe balanța tehnică biopolimerul 1 – 5 g, care se dizolvă în apă deionizată 50 – 70 ml. După dizolvarea completă a acestuia se adaugă soluția de biopolimer sub agitare continuă în fir subțire peste amestecul de reactanți care se agită în continuare 30 min, la temperatura camerei.

După definitivarea etapei de preemulsionare, amestecul de reactanți se introduce în cavitatea de microunde în sistemul discontinuu, se pornește agitarea mecanică la 250 rpm, se creează atmosfera inertă de azot și se pornește sursa de microunde în următoarele condiții: temperatură 60°C, presiune 1 atm, putere transmisă de microunde 300 W. Amestecul de reacție este menținut în aceste condiții timp de 30 min. După definitivarea reacției se răcește amestecul de reacție și se obține o nanoemulsie stabilă. Aceasta este caracterizată prin tehnica DLS (Dinamic Light Scattering).

Analizele fizice ale nanoemulsiei hidrofuge sunt prezentate în figurile 1 și 2, după cum urmează:

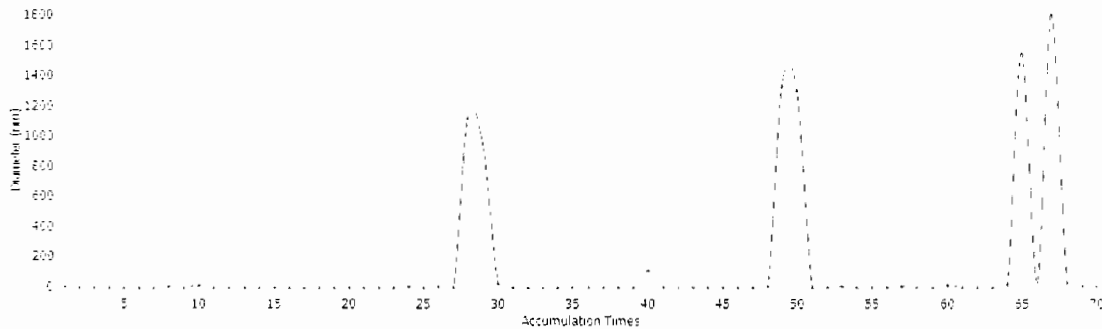
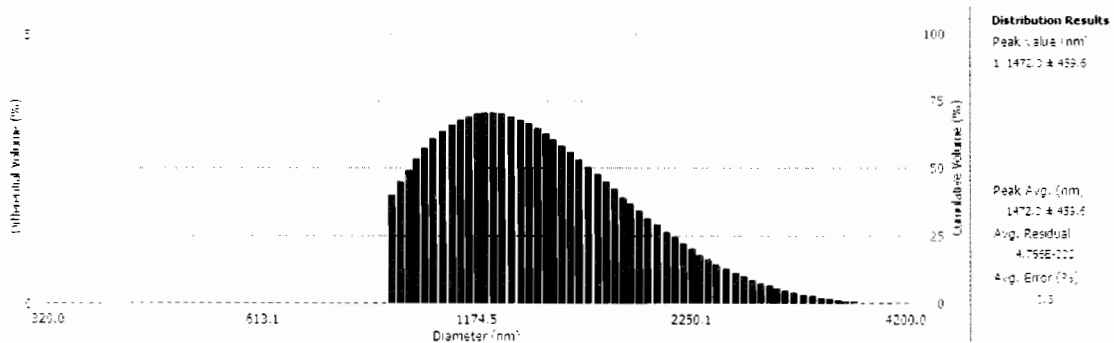


Fig. 1 Exprimarea grafică a diametrului nanoemulsiei



(Handwritten mark)

(Handwritten signature)

Fig. 2 Distribuția nanoemulsiei după volum

Exemplul 2. Se cântăresc pe balanța tehnică materiile prime în ordinea următoare: 3 – 10 g ulei esențial de cetină de negi, 3 – 10 g ulei esențial de crizantemă, 5 – 15 g ulei de soia, 5 – 10 g surfactant anionic, 5 – 10 g surfactant neionic care se introduc în vasul de preemulsionare, se pornește agitarea mecanică și se menține la o turație de 200 rpm timp de 30 min.

Se cântărește pe balanța tehnică biopolimerul 1 – 5 g, care se dizolvă în apă deionizată 50 – 70 ml și 10 – 20 ml alcool etilic. După dizolvarea completă a acestuia se adaugă soluția de biopolimer sub agitare continuă în fir subțire peste amestecul de reactanți care se agită în continuare 30 min, la temperatura camerei.

După definitivarea etapei de preemulsionare, amestecul de reactanți se introduce în cavitatea de microunde în sistemul discontinuu, se pornește agitarea mecanică la 250 rpm, se creează atmosfera inertă de azot și se pornește sursa de microunde în următoarele condiții: temperatură 80°C, presiune 1 atm, putere transmisă de microunde 400 W. Amestecul de reacție este menținut în aceste condiții timp de 60 min. După definitivarea reacției se răcește amestecul de reacție și se obține o nanoemulsie stabilă. Aceasta este caracterizată prin tehnica DLS (Dinamic Light Scattering).

Analizele fizice ale nanoemulsiei hidrofuge sunt prezentate în figurile 3 și 4, după cum urmează:

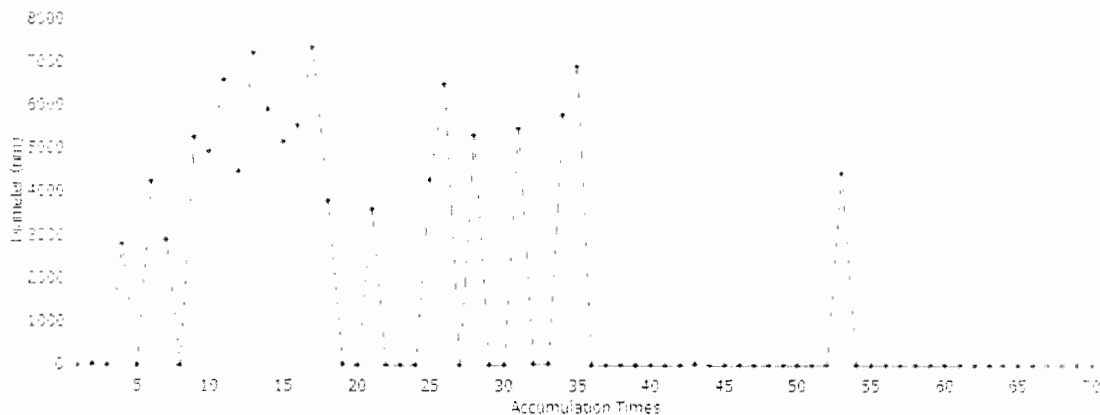


Fig. 3 Exprimarea grafică a diametrului nanoemulsiei

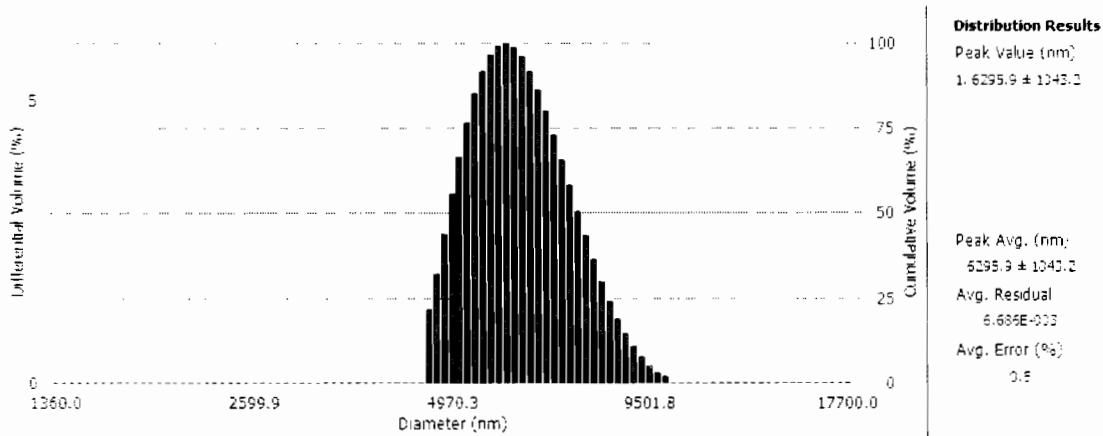


Fig. 4 Distribuția nanoemulsiei după volum

Exemplul 3. Se cântăresc pe balanța tehnică materiile prime în ordinea următoare: 3 – 10 g ulei esențial de lavandă, 3 – 10 g ulei esențial de coriandru (fructe), 5 – 15 g ulei de rapiță, 5 – 10 g surfactant anionic, care se introduc în vasul de preemulsionare, se pornește agitarea mecanică și se menține la o turație de 200 rpm timp de 30 min.

Se cântărește pe balanța tehnică biopolimerul 1 – 5 g, care se dizolvă în apă deionizată 50 – 70 ml și 10 – 20 ml alcool izopropilic. După dizolvarea completă a acestuia se adaugă soluția de biopolimer sub agitarea continuă în fir subțire peste amestecul de reactanți care se agită în continuare 30 min, la temperatura camerei.

După definitivarea etapei de preemulsionare, amestecul de reactanți se introduce în cavitatea de microunde în sistemul discontinuu, se pornește agitarea mecanică la 350 rpm, se creează atmosfera inertă de azot și se pornește sursa de microunde în următoarele condiții: temperatură 90°C, presiune 1 atm, putere transmisă de microunde 600 W. Amestecul de reacție este menținut în aceste condiții timp de 45 min. După definitivarea reacției se răcește amestecul de reacție și se obține o nanoemulsie stabilă. Aceasta este caracterizată prin tehnica DLS (Dinamic Light Scattering).

Analizele fizice ale nanoemulsiei hidrofuge sunt prezentate în figurile 5 și 6, după cum urmează:

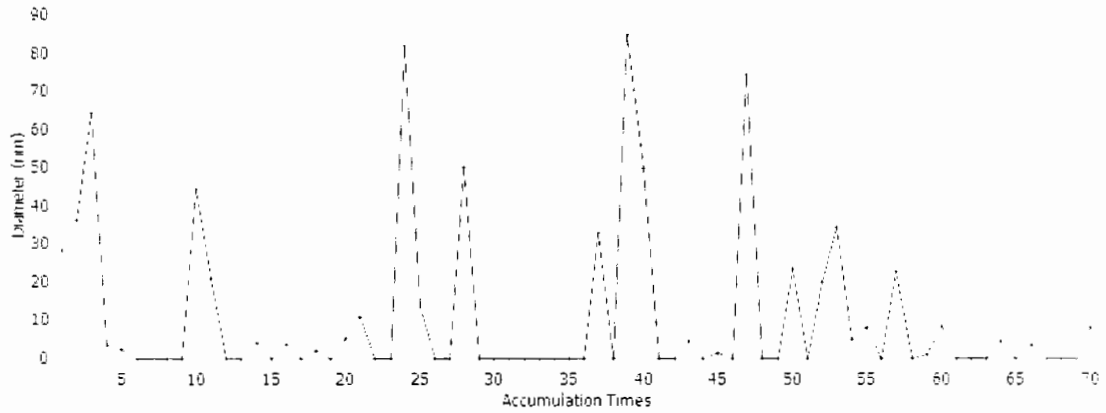


Fig. 5 Exprimarea grafică a diametrului nanoemulsiei

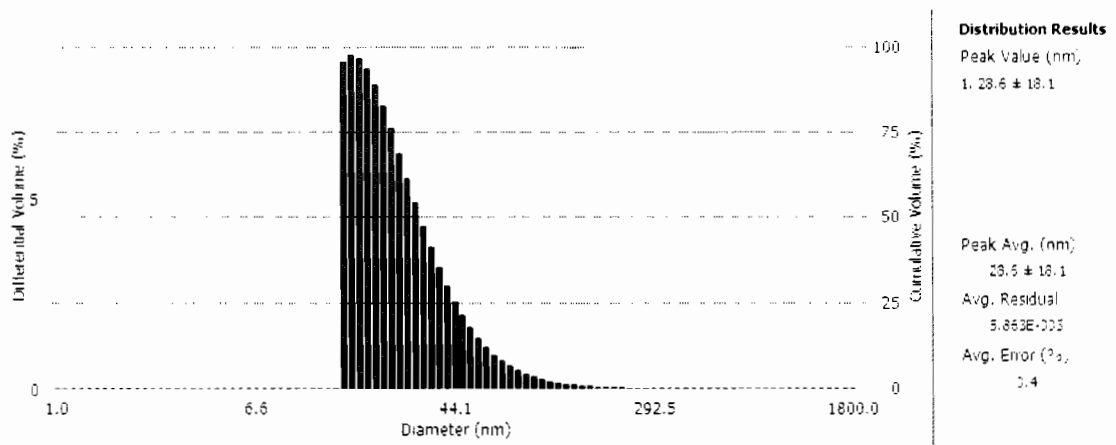


Fig. 6 Distribuția nanoemulsiei după volum

Exemplul 4. Se cântăresc pe balanța tehnică materiile prime în ordinea următoare: 3 – 10 g ulei esențial de lavandă, 3 – 10 g ulei esențial de crizantemă, 3 – 10 g ulei esențial de scorțișoară, 5 – 15 g ulei de susan, 5 – 10 g surfactant anionic, care se introduc în vasul de preemulsione, se pornește agitarea mecanică și se menține la o turație de 300 rpm timp de 30 min.

Se cântărește pe balanța tehnică biopolimerul 1 – 5 g, care se dizolvă în apă deionizată 50 – 70 ml. După dizolvarea completă a acestuia se adaugă soluția de biopolimer sub agitare continuă în fir subțire peste amestecul de reactanți care se agită în continuare 30 min, la temperatura camerei.

După definitivarea etapei de preemulsione, amestecul de reactanți se introduce în cavitatea de microunde în sistemul discontinuu, se pornește agitarea mecanică la 350 rpm, se creează atmosfera inertă de azot și se pornește sursa de microunde în următoarele condiții: temperatură 75°C, presiune 1 atm, putere transmisă de microunde 500 W. Amestecul de reacție este menținut în aceste

A

[Handwritten signature]

condiții timp de 45 min – 60 min. După definitivarea reacției se răcește amestecul de reacție și se obține o nanoemulsie stabilă. Aceasta este caracterizată prin tehnica DLS (Dinamic Light Scattering).

Analizele fizice ale nanoemulsiei hidrofuge sunt prezentate in figurile 7 si 8, după cum urmează:

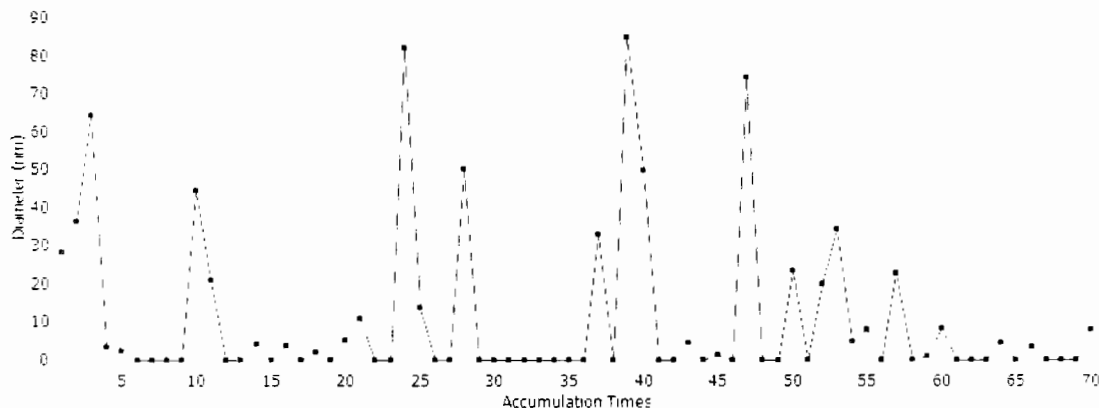


Fig. 7 Analiza DLS a nanoemulsiei

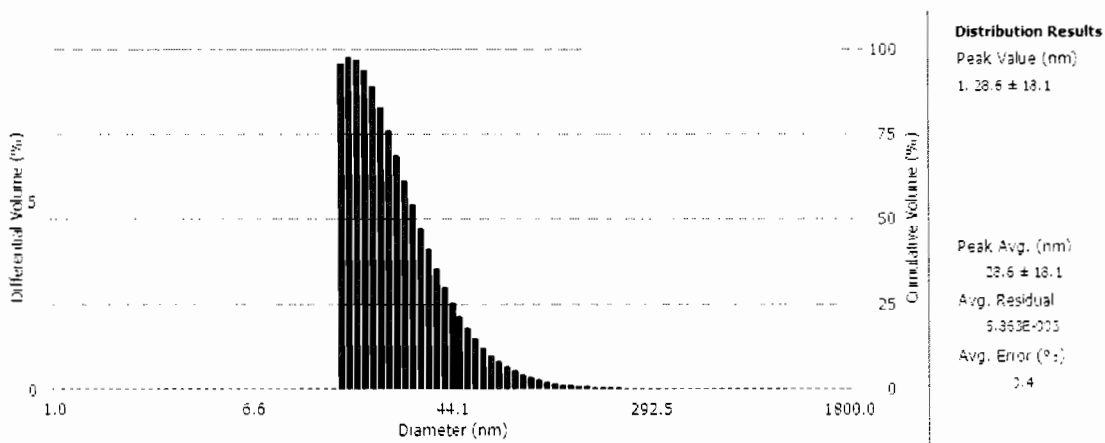


Fig. 8 Analiza DLS a nanoemulsiei

Handwritten mark

Handwritten signature

Revendicări

1. Compoziția chimică a nanoemulsiei hidrofuge utilizată pentru stabilizarea antiseptică a lemnului, caracterizată prin aceea că aceasta cuprinde următoarele ingrediente: uleiuri esențiale de scorțișoară, anason, coriandru, cetină de negi, crizantemă și lavandă, și/sau amestecurile acestora, este încapsulat într-un ulei vegetal cu grad de nesaturare ridicat de tipul: ulei de in, ulei de susan, ulei de soia, ulei de rapiță și emulsificat cu agenți tensioactivi anionici sau neionici și amestecurile lor, biopolimeri, alcool etilic sau alcool izopropilic, apă deionizată.
2. Procedul de sinteză asistat de microunde, caracterizat prin aceea că acesta cuprinde următoarele etape: amestecul de reactanți este supus iradierii în câmp de microunde într-o cavitare rezonantă de tip multimode la temperatura de 60 – 98°C, presiune normală, timp de 1 – 60 min., la o putere maximă transmisă de 300 – 800 W și o frecvență de 2450 MHz, sub agitare magnetică sau mecanică, în condiții de atmosferă inertă de azot, în sistem discontinuu.
3. Procedu conform revendicărilor 1 și 2, caracterizat prin aceea că nanoemulsiile hidrofuge obținute prin sinteză asistată de microunde pot fi obținute și la frecvența de 914 GHz.
4. Procedu conform revendicărilor 1, 2 și 3, caracterizat prin aceea că nanoemulsiile hidrofuge obținute prin sinteză asistată de microunde pot fi stabilizate la un potențial Zeta de - 70 ÷ - 80 mV, prin iradiere asistată de ultrasunete timp de 10 min., la o putere incidentă de 500 W.