



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00213**

(22) Data de depozit: **18/03/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **27/04/2018** BOPI nr. **4/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/12/2016 BOPI nr. **12/2016**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR, STR.ATOMIȘTILOR
NR.105 BIS, MĂGURELE, IF, RO**

(72) Inventatori:
• **EVANGHELIDIS ALEXANDRU IONUȚ,**
*CALEA VITAN NR. 211, BL. 30, AP. 22,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;*
• **BUSUIOC CRISTINA, STR.PREVEDERII**
*NR.15, BL.A 12, SC.C, ET.6, AP.14,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;*
• **MATEI ELENA, STR.FIZICIENILOR NR.21,**
BL.M 1, AP.1, MĂGURELE, IF, RO;
• **ENCULESCU MARIA-MONICA,**
*STR.DESPINA DOAMNA NR.20,
CURTEA DE ARGEȘ, AG, RO;*

• **PREDA NICOLETA-ROXANA,**
*CALEA GRIVIȚEI NR.152, ET.4, AP.18,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;*
• **FLORICA CAMELIA-FLORINA,**
*STR.VARVORENILOR NR.11,
SAT GRĂDINILE, COMUNA GRĂDINILE,
OT, RO;*
• **COSTAS LILIANA-ANDREEA,**
*STR.VÎLCELE NR.9, AP.7, FOCȘANI, VN,
RO;*
• **OANCEA MIHAELA, STR.NOVACI NR.12,**
*BL.P 61, SC.1, ET.2, AP.7, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;*
• **ENCULESCU IONUȚ-MARIUS,**
*STR.DESPINA DOAMNA NR.20,
CURTEA DE ARGEȘ, AG, RO*

(56) Documente din stadiul tehnicii:
W. E. TEO, S. RAMAKRISHANA,
**"A REVIEW ON ELECTROSPINNING
DESIGN AND NANOFIBRE ASSEMBLIES",**
NANOTECHNOLOGY, PP. 89-106, 2006

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE DE MICRO- ȘI NANOFIBRE
POLIMERICE PRIN ELECTROSPINNING**



RO 131565 B1

1 Prezenta invenție descrie un procedeu de obținere a fibrelor polimerice cu diametre
micro- și nanometrice, prin procesul de electrospinning, folosind materiale textile ca sursă de
3 emisie multiplă a jeturilor de soluție polimerică, fibrele polimerice fiind utilizate pentru aplicații
în domeniul biomedical, protecția mediului, industria textilă etc.

5 Electrospinningul este un procedeu de producere a fibrelor polimerice cu diametre sub-
micronice, procedeu care se remarcă prin posibilitățile de a produce fibre de diametre foarte
7 mici (uzual mai mici de 1 μm și tipic de ordinul 300...400 nm). Este o metodă prin care se pot
produce materiale nanostructurate relativ uniforme, în cantități cu câteva ordine de mărime mai
9 mari decât prin alte tehnici, indicând o posibilitate crescută de tranziție către industrie. Fibrele
pot fi depuse prin electrospinning pe diverse substraturi, sau prelevate sub formă de pânzeturi
11 neșesute. Procedeu este relativ simplu, bazându-se pe extragerea unei cantități de substanță
polimerică din vârful unui ac, prin folosirea unui câmp electrostatic.

13 Primul brevet în care apare electrospinningul a fost acordat în Statele Unite ale Americii
lui J. F. Cooley, în anul 1902 (**J. F. Cooley, Apparatus for electrically dispersing fluids, US6 92631, 1902**),
15 urmat de A. Formhals (**A. Formhals, Process and apparatus for preparing artificial threads, US1975504, 1934**) și multe altele. În ce privește cercetarea
17 academică a fenomenului, primul studiu teoretic publicat îi aparține lui J. Zeleny (**J. Zeleny, The Electrical Discharge from Liquid Points, and A Hydrostatic Method of Measuring the Electric Intensity at their Surfaces, Physical Review, 3 (1914) 69-91**). De asemenea, G.
19 Taylor a avut o contribuție foarte importantă (**G. Taylor, Disintegration of Water Drops în an Electric Field, Proceedings of the Royal Society of London, Series A: Mathematical and Physical and Sciences, 280 (1964) 383-397**; **G. Taylor, The force exerted by an electric field on a long cylindrical conductor, Proceedings of the Royal Society of London, Series A: Mathematical and Physical Sciences, 291 (1966) 145-158**; **G. Taylor, Electrically Driven Jets, Proceedings of the Royal Society of London Series A: Mathematical and Physical Sciences, 313 (1969) 453-475**), una dintre caracteristicile procesului, conul Taylor, fiind numit
21 după el.

23 Deși, în comparație cu alte metode de fabricare a nanostructurilor într-un mod
25 reproductibil, cu dimensiuni și morfologie bine controlate, electrospinningul este foarte productiv,
cantitățile de material prelucrate sunt încă mici relativ la necesarul pe scară industrială. Modul
31 cel mai direct în care se poate realiza îmbunătățirea eficienței procesului constă în mărirea
numărului de jeturi emise în timpul procesului. În acest scop au fost folosite două metode:
33 utilizarea de mai multe cvasi-spinarete fizice (de exemplu, pori într-un tub) și formarea de
puncte multiple de emisie direct în soluția polimerică (**Haitao Niu, Xungai Wang and Tong Lin (2011). Needleless Electrospinning: Developments and Performances, Nanofibers - Production, Properties and Funcțional Applications, Dr. Tong Lin (Ed.), ISBN: 978-953-307-420-7**).

35 Dezavantajul acestor abordări pe bază de multi-cvasi-spinarete îl constituie necesitatea
37 fabricării și întreținerii acestor capete de emisie, ceea ce impune costuri adiționale deloc
neglijabile, în cazul unei scalări industriale. De asemenea, creșterea în eficiență este liniară, și
41 apar constrângeri datorate montajelor experimentale. În ce privește emisia direct din soluție,
apare problema evaporării, în acest caz fiind necesară expunerea unei suprafețe mari a soluției.
43 Astfel apare o acumulare masivă a solventului în zona de proces în care se formează
nanofibrele.

45 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor nanofibre
polimerice cu un randament mult îmbunătățit.

RO 131565 B1

Procedeul de obținere de micro- și nanofibre polimerice prin electrospinning, conform invenției, constă în montarea ca spinneret multiplu a unui material textil franjurat, de tip tercot, cu o dimensiune a franjurilor de 5 mm, într-un cadru de fir de cupru de 1 mm grosime, după care materialul textil este îmbibat cu soluția polimerică, și supus unui câmp electric cu o tensiune aplicată de 10...30 kV, picăturile de soluție polimerică formate pe franjuri fiind transformate în surse de jeturi de soluție, din care se obțin micro- sau nanofibre de polimer cu o dimensiune de 2 μm...200 nm.

Invenția prezintă mai multe avantaje. Prin utilizarea ei, procedeul de electrospinning de obținere a micro- și nanofibrelor polimerice are un randament mult îmbunătățit. De asemenea, procedeul poate fi scalat într-un mod simplu și cu costuri reduse, adaptându-se la cerințele de proces. Materialele folosite se găsesc deja pe piață, și nu au nevoie de modificări complexe, iar țesăturile textile pot fi reutilizate după spălarea în solventul folosit pentru soluțiile polimerice. La fel ca în procesul de electrospinning simplu, se pot modifica ușor parametri precum tipul polimerului (necesitând, eventual, folosirea unui material textil adecvat solventului), distanța, tensiunea sau tipul de colector.

În cele ce urmează se prezintă două exemple de realizare a invenției, în legătură și cu figurile ce reprezintă:

- fig. 1, schema aranjamentului pentru procedeul de electrospinning folosind materialul textil;

- fig. 2, imagine a unui aranjament folosit pentru realizarea de fibre polimerice prin electrospinning;

- fig. 3, exemple de fibre obținute prin electrospinning, folosind materiale textile ca spinarete.

Exemplul 1

O țesătură tip tercot, realizată dintr-un amestec de bumbac și poliacril (60%/40%), modificată astfel încât să prezinte franjuri cu lungime de aproximativ 5 mm pe o latură, este atașată de un cadru din fir de cupru de 1 mm grosime, conectat la o sursă de înaltă tensiune. Țesătura este îmbibată apoi cu soluția de polimer fie manual, fie prin folosirea unei pompe. Colectorul plan dreptunghiular, din aluminiu, este conectat la pământ (fig. 1). Distanța dintre franjuria țesăturii și colectorul de aluminiu poate varia între 10 cm și 30 cm, iar tensiunea aplicată între firul de cupru ce susține țesătura și electrodul colector, între 5 kV și 30 kV. Fibrele textile acționează ca o matriță de spinarete, numeroase picături fiind produse. Fiecare picătură acționează ca o sursă independentă de jet de soluție și, deci, ca o sursă a unui fir independent. Cantitatea de fibre produsă este în consecință mult mai mare, comparativ cu cazul folosirii unei singure spinarete.

Exemplul 2

Un alt exemplu de ilustrare a invenției este configurația prezentată în fig. 2, în care s-a folosit o distanță de 10 cm între firul de cupru pe care a fost fixată țesătura și electrodul colector din aluminiu. Concentrația soluției polimerice folosite a fost de 10% polimetacrilat de metil (masa moleculară 350000), utilizând ca solvent dimetilformamida. Pentru o tensiune aplicată între cei doi electrozi de 20 kV, s-au obținut nanofibre cu morfologie de tip mărgel-pe-sfoară, prezentate în micrografia din fig. 3.

RO 131565 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de obținere de micro- și nanofibre polimerice, prin electrospinning, **caracterizat prin aceea că** se montează ca spineret multiplu un material textil franjurat, de tip tercot, cu o dimensiune a franjurilor de 5 mm, într-un cadru de fir de cupru de 1 mm grosime, după care materialul textil este îmbibat cu soluția polimerică, și supus unui câmp electric cu o tensiune aplicată de 10...30 kV, picăturile de soluție polimerică formate pe franjuri fiind transformate în surse de jeturi de soluție, din care se obțin micro- sau nanofibre de polimer cu o dimensiune de 2 μm ...200 nm.

5

7

9

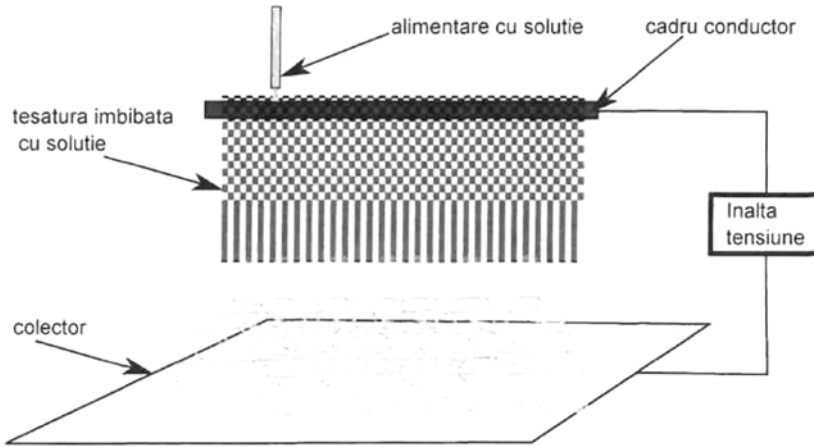


Fig.1

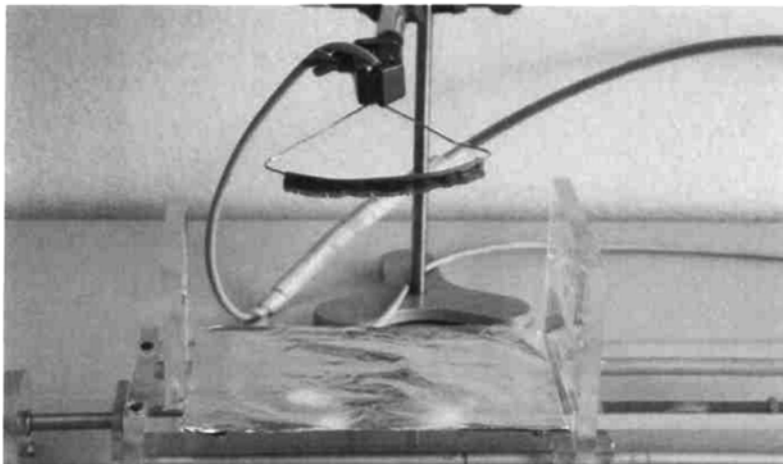


Fig. 2

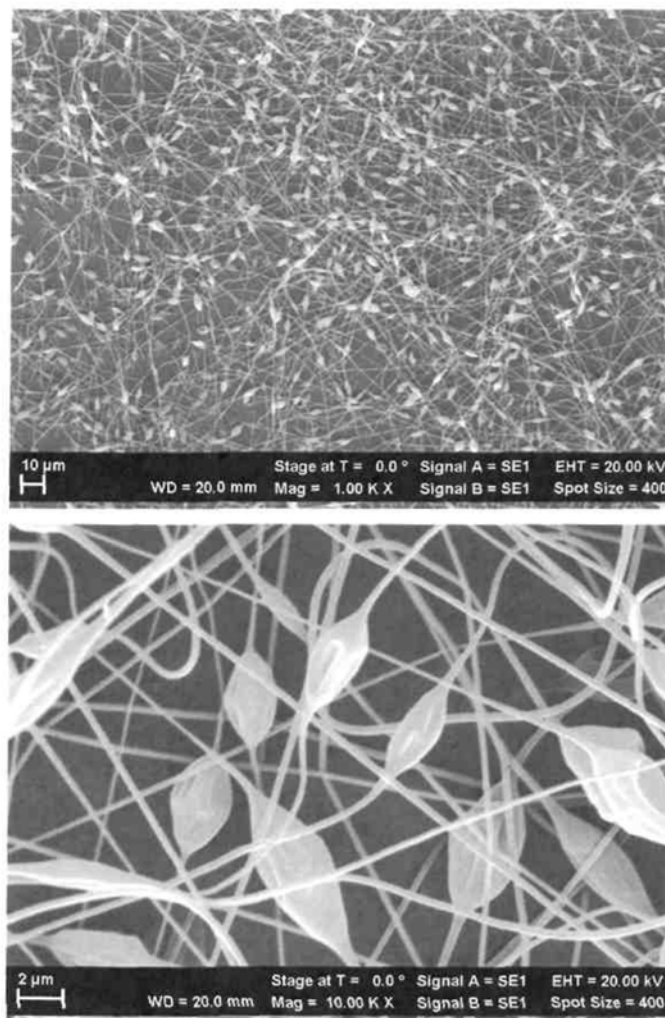


Fig. 3

