



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 00168**

(22) Data de depozit: **09/03/2018**

(41) Data publicării cererii:
28/12/2018 BOPI nr. **12/2018**

(71) Solicitant:
• **DAILY SOURCING & RESEARCH S.R.L.**,
CALEA GRIVIȚEI, NR.95-97, MANSARDĂ,
CAMERA 2, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO

(72) Inventatori:
• **DRAGOESCU MARIUS FLORIN**,
STR. STICLARI NR. 23B,
BOLDEȘTI-SCĂENI, PH, RO;

• **AXINTE SORIN MIRCEA**,
BD. ION MIHALACHE NR.40, BL.33B,
AP.10, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **PENA CORNELIA ADRIANA**,
STR. CAP. ILINA NR. 11, BL. 21, SC. 2,
ET. 3, AP. 27, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;
• **SEBE ANA CASANDRA**,
STR.PROF.DR.MIHAIL GEORGESCU,
NR.27 A, ET.1, AP.1, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **PROCEDEU DE SINTEZĂ DE RĂȘINĂ ALCHIDICĂ
DIN DEȘEURI POLIMERICE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei rășini alchidice utilizate în compoziții de acoperiri peliculogene. Procedeu, conform invenției, constă în depolimerizarea unor deșeuri de polietilen tereftalat într-un reactor chimic industrial cu microunde, la o frecvență de 2,45 GHz și o densitate de putere de 15...1000 W/kg, prin iradiere directă, fără formare de unde staționare, urmată de reacții de policondensare

controlată, până la un randament al conversiei poli-condensării de minimum 85% masic și un indice de aciditate de 12 mg KOH/g, răcirea masei de reacție până la 180°C, cu filtrarea produsului de reacție printr-un filtru de 37 μm.

Revendicări: 5



PROCEDEU DE SINTEZA DE RASINA ALCHIDICA DIN DESEURI POLIMERICE

Titular: SC DAILY SOURCING&RESEARCH S.R.L., Cal.Grivitei nr.95-97, Mansarda, sector 1, Bucuresti

Inventatori:

- **DRĂGOESCU MARIUS FLORIN**, STR. STICLARI NR. 23B, BOLDESTI – SCAENI, PRAHOVA, ROMANIA
- **AXINTE SORIN MIRCEA**, BD. ION MIHALACHE NR. 40, BL. 33B, AP. 10, SECTOR 1, BUCURESTI, ROMANIA
- **CORNELIA ADRIANA PENA**, STR. CAPORAL ILINA NR 11, BL 21, ET 3, AP 27, SECTOR 5, BUCURESTI
- **SEBE ANA CASANDRA**, STR. DR. PROF. MIHAIL GEORGESCU NR. 27A, ET.1, AP.2, SECTOR 2, BUCURESTI

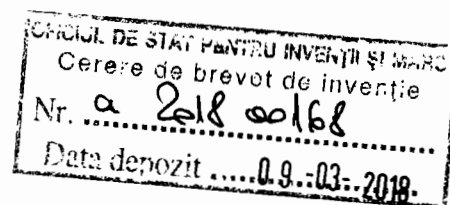
Inventia de fata se refera la sinteza in camp de microunde a unei rasini alchidice pe baza de deseuri polimerice, aceasta putand fi utilizata in formularea de compozitii peliculogene cu rol protector si decorativ.

Sunt cunoscute diferite tipuri de rasini alchidice cu aplicatii in formularea de compozitii peliculogene. Pe plan mondial, rasinile alchidice sunt printre cele mai utilizate in formularea de lacuri, grunduri si vopsele. Rasinile alchidice raman in continuare o alternativa viabila prin pret competitiv, aderenta buna la substrat, rezistenta mecanica si electrica corespunzatoare.

In brevetul **US 2973331** este descrisa obtinerea unei rasini alchidice prin poliesterificarea unui alcool polihidroxilic cu un acid polibazic din categoria acizilor grasi din ulei de tal.

Brevetul **RO 104639** prezinta prepararea de compozitii peliculogene care au la baza rasini alchidice grase pe baza de ulei de ricin, anhidrida ftalica, propilenglicol si pentaeritrit.

In brevetul **RO 121216B1** este prezentata o metoda de sinteza a unui copolimer poliesteric diluabil cu apa, sinteza acestuia avand loc printr-o succesiune de reactii chimice: alcoliza, poliesterificare a mono si digliceridelor obtinute in urma alcoolizei cu acizi dibazici sau anhidridele acestora, poliesterificarea de functionalizare a unui acid tribazic cu copolimerul obtinut in etapa anterioara.



Cresterea utilizarii maselor plastice in toate domeniile aplicative a condus la generarea de deseuri. Dezvoltarea cadrului legislativ si a infrastructurii privind colectarea selectiva si depozitare adecvata a deseurilor din mase plastice nu rezolva problema acestora, pentru aceasta dezvoltandu-se metode fizice, chimice sau combinate de reconversie. Unul dintre deseurile cunoscute il reprezinta polietilentereftalatul (PET) care se poate intalni sub forma de fibre, textile, folii, placi sau sticle. Se cunosc aplicatii industriale prin care deseurile sub forma de fulgi de PET sunt transformate in poliesterpolioli printr-o reactie de solvoliza.

Sunt cunoscute de asemenea aplicatii ale utilizarii microundelor in vederea uscarii de materii vegetale, uscare carbunelui, sterilizarea de materiale farmaceutice, topiri de metale.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unei rasini alchidice realizata în urma reacției de depolimerizare a deșeurilor din polietilen tereftalat (PET) sub acțiunea microundelor, cuplate cu reactii de policondensare controlata cu rolul de a modela atat functionalitatea cat si proprietatile finale ale produsului.

Soluția tehnică pe care o rezolvă propunerea de invenție constă în obținerea unei rasini alchidice pe baza de reconversie a deseurilor de PET prin depolimerizarea PET-ului într-un reactor chimic industrial cu microunde, la o frecvența de 2,45 GHz și o densitate de putere de 15-1000 W/kg, prin iradiere directa fara formarea de unde stationare. Rasina alchidica obținuta conform propunerii de invenție este utilizata ca și materie primă în recepturi de acoperiri peliculogene precum lacuri, vopsele, grunduri.

Obținerea de rasina alchidica pe baza de reconversie a deseurilor de PET conform propunerii de invenție prezintă următoarele avantaje:

- structura controlata cu portiuni alternante de domenii flexibile si domenii rigide;
- utilizarea prin reconversie chimica a unui compus din categoria deseurilor de mase plastice;
- contribuie la reducerea deșeurilor prin realizarea unor produse finite noi cu valoare adăugată;
- reducerea consumului energetic prin utilizarea energiei microundelor.

Sinteza de rasina alchidica cu functionalitate controlată conform descrierii de brevet presupune trei etape de sinteza. Intr-o primă etapă are loc obtinerea de solvolizat de PET in prezenta glicerinei, sau trimetilolpropanului sau a pentaeritritei, la o parte de PET corespunzand intre 0,5 pana la 3 parti, de preferinta intre 0,7 pana la 2,2 parti de polioli cu

functionalitate minim 3. Sinteza are loc in prezenta de acetat de zinc la temperaturi cuprinse intre 240 si 280°C. Intr-o a doua etapa are loc sinteza unui produs tip mono- sau diacil ce rezulta in urma reactiei dintre solvolizatul de PET sub forma de oligomeri si trigliceride de origine vegetala sau acizi grasi din surse vegetale, ca atare sau in amestec. Unei parti de trigliceride de origine vegetala sau acizi grasi din surse vegetale, ca atare sau in amestec ii corespund 2 pana la 6 parti de oligomeri de PET, de preferinta intre 2,5 si 5,5 parti. Reactia are loc in prezenta de catalizator LiOH la temperaturi cuprinse intre 210 si 270°C, sinteza fiind mentinuta pana la indepartarea apei de reactie. In etapa a treia se produce reactia de policondensare intre produsul de alcooliza din etapa a doua sub forma de oligomer monoacilat si / sau diacilat si anhidrida ftalica sau acid izoftalic, la temperaturi cuprinse intre 160 si 240°C, sub antrenare azeotropa a apei de reactie. Ponderea dintre componente este de o parte de oligomer monoacilat si / sau diacilat si 0,1 pana la 1 parti de anhidrida ftalica sau acid izoftalic, de preferinta de la 0,15 pana la 0,8 parti. Gradul de conversie al reactiei este monitorizat prin intermediul apei de reactie rezultate coroborat cu masurarea indicelui de aciditate al amestecului de reactie pe parcursul obtinerii produsului, valoarea finala admisa fiind situata sub 12 mg KOH / g produs, de preferinta in intervalul 0,5 si 5 mg KOH / g produs.

În continuare sunt prezentate două exemple nelimitative de obținere a rasilii alchidice pe baza de reconversie a deseurilor de PET:

Exemplul 1

Într-un reactor cu microunde cu frecvența 2,45 GHz, echipat cu sistem de agitare, gură alimentare, termometru, serpentina interioara, coloană de reflux / distilare, vas florentin, se încarcă 1600 parti trimetilopropan. Se porneste agitarea si incalzirea cu microunde, si se incalzeste progresiv masa de reactie pana la temperatura de 240°C. Se utilizeaza o densitate de putere de 220 W/kg. Se adauga 1500 parti de fulgi de PET impreuna cu 7 g acetat de zinc dupa care se ridica temperatura la 270°C unde se mentine pana cand are loc solvoliza completa. Verificarea solvolizei are loc prin prelevarea de probe la 30 de minute si vizualizarea aspectului filmului pe sticla de ceas. In etapa a doua se raceste masa de reactie pana la 180°C cand se adauga 920 parti de acizi grasi din ulei de floarea soarelui impreuna cu 2 g de LiOH. Se ridica temperatura pana la 240°C unde se mentine pana la indepartarea prin condensare a apei de reactie corespunzatoare. In continuare se coboara rapid temperatura pana la 190°C cand se adauga 320 parti de anhidrida ftalica. Se ridica temperatura gradual pana la

valoarea de 220°C, în vederea îndepărtării apei de reacție în prezența a 300 g de xilen prin antrenare azeotropă. Masa de reacție se menține izoterm până când randamentul conversiei al policondensării atinge minim valoarea de 85% masic iar indicele de aciditate coboară sub valoarea de 12 mg KOH / g.

Se răcește masa de reacție până la valoarea de 180°C și se filtrează produsul de reacție printr-un filtru de 37 microni.

Exemplul 2

Într-un reactor cu microunde cu frecvența 2,45 GHz, echipat cu sistem de agitare, gură alimentare, termometru, coloană de reflux / distilare, vas florentin și linie de gaz inert sub presiune (azot), se încarcă 1600 parti trimetilopropan. Se pornesc agitare și încălzirea cu microunde, și se încălzește progresiv masa de reacție până la temperatura de 240°C. Se utilizează o densitate de putere de 200 W/kg. Se adaugă 1500 parti de fulgi de PET împreună cu 7 g acetat de zinc după care se ridică temperatura la 270°C unde se menține până când are loc solvoliza completă. Verificarea solvolizei are loc prin prelevarea de probe la 30 de minute și vizualizarea aspectului filmului pe sticla de ceas. În etapa a doua se răcește masa de reacție până la 180°C când se adaugă 1100 parti de ulei floarea soarelui împreună cu 2,2 g de LiOH. Se ridică temperatura până la 240°C unde se menține până la îndepărtarea prin condensare a apei de reacție corespunzătoare. În continuare se reduce temperatura până la 190°C când se adaugă 300 parti de anhidrida ftalică în două etape. Se ridică temperatura gradual până la valoarea de 220°C, în vederea îndepărtării apei de reacție în prezența a 350 g de xilen prin antrenare azeotropă. Masa de reacție se menține izoterm până când randamentul conversiei al policondensării atinge minim valoarea de 85% masic iar indicele de aciditate coboară sub valoarea de 12 mg KOH / g.

Se răcește masa de reacție până la valoarea de 180°C și se filtrează produsul de reacție printr-un filtru de 37 microni.

Revendicări

1. Rasina alchidica pe baza de deseuri polimerice, realizata în urma reacției de depolimerizare a deșeurilor de sticle din poli(etilen tereftalat) (PET) sub acțiunea microundelor cu frecvența de 2,45 GHz și densitatea de putere de 15-1000 W/kg, prin iradiere directă fara formarea de unde stationare.
2. Rasina alchidica pe baza de deseuri polimerice conform revendicării 1 caracterizata prin sinteza in succesiunea de secvente de solvoliza - alcooliza - policondensare.
3. Amestec de oligomeri rezultati prin solvoliza conform revendicarilor 1 si 2 caracterizat prin aceea că se obține in urma reactiei solvoliza dintre deseuri de PET si un polioliol cu functionalitate minim 3 reprezentat prin glicerina, sau trimetilolpropan sau pentaeritrita, pentru care la o parte de PET corespunzand intre 0,5 pana la 3 parti, de preferinta intre 0,7 pana la 2,2 parti de polioliol.
4. Amestec de oligomeri monoacilati si / sau diacilati rezultati in urma sintezei de alcooliza conform revendicarilor 1, 2 si 3 caracterizată prin aceea că unei parti de trigliceride de origine vegetala sau acizi grasi din surse vegetale, ca atare sau in amestec, ii corespund 2 pana la 6 parti de oligomeri din deseuri de PET, de preferinta intre 2,5 si 5,5 parti.
5. Rasina alchidica pe baza de deseuri polimerice conform revendicarilor 1, 2, 3 si 4 care se obtine in urma reactiei de policondensare a o parte de amestec de oligomeri monoacilati si / sau diacilati cu 0,1 pana la 1 parti de anhidrida ftalica, de preferinta de la 0,15 pana la 0,8 parti anhidrida ftalica.