



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2018 00226

(22) Data de depozit: 28/03/2018

(41) Data publicării cererii:  
30/09/2019 BOPI nr. 9/2019

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

(72) Inventatori:  
• MOANȚĂ ADRIANA, STR. BÂRNOVA  
NR. 5, BL. M 117, SC. 1, AP. 3, SECTOR 5,  
BUCUREȘTI, B, RO;

• FIERASCU CLAUDIU RADU,  
STR. DUNĂRII, BL. D4, AP. 18,  
ROȘIORI DE VEDE, TR, RO;  
• PETRE IONELA, BD. GHENCEA NR. 30,  
BL. C 76, SC. 3, ET. 4, AP. 92, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;  
• MOHANU ILEANA,  
STR. ROMANCIERILOR NR. 2, BL. C 4, SC. A,  
ET. 1, AP. 8, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,  
RO;  
• PACEAGIU JENICA, STR. BÂRNOVA  
NR. 2, BL. M111A, SC. A, ET. 1, AP. 7,  
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;  
• FIERASCU IRINA,  
STR. CÂMPIA LIBERTĂȚII, NR. 5, BL. PM 60,  
SC. A, AP. 48, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,  
RO

(54) MORTARE CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE,  
DESTINATE PROTECȚIEI CLĂDIRILOR  
ȘI/SAU MONUMENTELOR ISTORICE

(57) Rezumat:

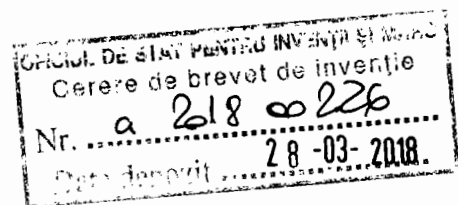
Invenția se referă la o compoziție de mortar cu proprietăți antimicrobiene destinat protecției clădirilor și/sau monumentelor istorice. Compoziția, conform invenției, este constituită din ciment Portland, tip CEM I și nisip de râu în raport 1:3 și 2...5% agent antimicrobian de tip hidroxiapatită în care Ca a fost parțial dizlocuit cu Ag

într-un raport Ag/Ca de 0,66, mortarul având o densitate de minimum 1,9 g/cm<sup>3</sup> și o rezistență mecanică la compresiune de minimum 18 MPa.

Revendicări: 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art. 32 din Legea nr. 64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art. 23 alin. (1) - (3).





## MORTARE CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE, DESTINATE PROTECȚIEI CLADIRILOR ȘI/SAU MONUMENTELOR ISTORICE

Prezenta invenție se referă la mortare cu proprietăți antimicrobiene, pe bază de ciment tip CEM I, nisip și derivați de hidroxiapatită, destinate consolidării și protecției suprafețelor clădirilor și/sau monumentelor istorice.

Mediul construit oferă condiții prielnice pentru dezvoltarea microbilor cum ar fi bacteriile și mușcăiul datorate atât factorilor de mediu și biologici precum și activității umane. Dezvoltarea microorganismelor în mediul construit determină deteriorarea acestuia în timp putând, de asemenea, afecta calitatea mediului interior cea ce poate conduce la efecte negative asupra sănătății.

Stoparea eroziunii biologice, sub acțiunea microorganismelor utilizând compuși organici de tipul pentaclorofenol (PCP), tributinil oxid (TBTO), boro-esteri, carboxilat de zinc având efecte toxice asupra sănătății umane a fost restricționată în baza Directivei BPD 98/CE din 20 iunie 2004 impunându-se astfel găsirea de noi soluții alternative.

O nouă abordare a științei materialelor a demonstrat faptul că materialelor de construcții cimentoide le poate fi asociată o nouă proprietate și anume cea antimicrobiană. În această categorie sunt incluse cimenturile, mortarele destinate finisajelor interioare și exterioare ale clădirilor, betoanele precum și materiale destinate realizării stratului de uzură în sistemul rutier.

Se cunoaște din brevetul "*An antimicrobial and pest insulation mortar manufacturing method*", **CN 103848600B** un mortar antimicrobian pe bază de ciment, ulei de șist, cenușă din coji de orez, barită, agregate ușoare, fibre, pulbere de cuarț, oxid de magneziu, fibre de nylon, carbonat de sodiu, aditivi.

Brevetul "*Antimicrobial cementitious composition, method and article*" **US 2007/0281096A1** revendică o compoziție de ciment antimicrobian în care agentul antimicrobian este imazalil dozat într-o cantitate de la aproximativ 750 ppm până la aproximativ 3000 ppm.

Este cunoscută din brevetul "*Antimicrobial cementitious composition*" **US 7223443 B2** folosirea orto-fenil fenolului, a sării acestuia, tolii diiodometil sulfonă, zinc pyrithione, oxathiazine, azole, chlorothalonil, și triazine diamine, precum și combinațiile dintre aceștia, ca agenți antimicrobieni înglobați în cimenturi de construcție.



**Scopul** invenției este obținerea unui mortar cu proprietăți antimicrobiene, utilizând ca agent antimicrobian un derivat de hidroxiapatită (hidroxiapatită cu substituție parțială a calciului cu argint).

**Problema tehnică pe care o rezolvă** invenția constă în obținerea unui mortar cu dublu rol – de consolidare și protecție antimicrobiană a construcțiilor. Mortarul, destinat finisajelor interioare și exterioare ale clădirilor din zonele urbane și/sau clădirilor de patrimoniu cultural, se supune exigențelor actuale în ceea ce privește calitatea și protecția mediului la nivel european.

Mortarul cu proprietăți antimicrobiene, conform invenției, este constituit din ciment Portland tip CEM I, nisip de râu și dintr-un compus de tipul hidroxiapatitei,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , în care calciul a fost parțial dizlocuit cu argint într-un raport Ag/Ca de 0,66. Raportul ciment/ nisip este 1/3 iar dozajul de hidroxiapatită este de 2 ... 5%.

Soluția propusă, conform invenției, **înlătură dezavantajele** menționate mai sus prin aceea că utilizează materii prime non-toxice fără acțiune negativă asupra mediului și sănătății umane.

**Se dau în continuare două exemple de aplicare a invenției.**

Mortarele s-au obținut prin omogenizarea componentelor: ciment Portland uzual, tip CEM I, conform SR EN 197-1/2002, nisip de râu cu granulație 0 – 2mm și agent antimicrobian pe bază de hidroxiapatită. În cazul agentului antimicrobian, Ca din compoziția hidroxiapatitei a fost parțial substituit cu Ag într-un raport de 0,66.

Eficiența materialului propus din punct de vedere microbiologic a fost determinată prin testarea capacității de aderență utilizând metoda de determinare a numărului de UFC/ml, respectiv prin numărarea celulelor bacteriene viabile planctonice, prezente în suspensie, în mediul de cultură în care au fost scufundate materialele funcționalizate. Testele au fost realizate pe tulpinile microbiene *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 și *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, conform standardului M100, Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing, 27th Edition, Clinical and Laboratory Standards Institute antimicrobial susceptibility testing.

Pentru testarea capacității de aderență s-a utilizat metoda microdiluțiilor zecimale. În acest scop, s-au utilizat plăci sterile cu 24 de godeuri; în fiecare godeu s-au adăugat 2 ml de suspensie bacteriană de lucru, în care au fost scufundate materialele testate. Plăcile au fost incubate la 37°C, 24 h, interval în care celulele microbiene s-au multiplicat inițial în



suspensie, iar după atingerea unei densități prag, au început să adere la suprafața materialelor. După 24 h, fiecare fragment de material a fost extras din mediu, spalat blând de 3 ori cu TFS (tampon fosfat steril) pentru îndepărtarea celulelor neaderate și plasat în tuburi de centrifugare sterile conținând 1 ml de TFS. Probele au fost amestecate viguros în agitator timp de 1 min și sonicat timp de 10 s pentru desprinderea mecanică a celulelor bacteriene aderate la suprafața materialelor. Diluțiile zecimale seriale obținute din fiecare probă, în AFS, au fost inoculate pe suprafața mediului agar LB (Luria Bertani) în triplicat, iar numărul de celule viabile a fost evaluat, după incubare timp de 24 ore la 37°C, stabilindu-se valoarea UFC/ml. Pentru evaluarea activității antimicrobiene a materialelor testate, după perioada de incubare, s-au realizat diluții zecimale seriale ale fiecărei suspensii bacteriene din godeurile corespunzătoare care au fost inoculate pe mediu de cultură agar LB (Luria Bertani) în triplicat, iar numărul de celule viabile a fost evaluat după incubare timp de 24 ore la 37 °C, stabilindu-se valoarea UFC/ml.

Pentru evitarea impactului contaminanților asupra experimentului, eșantioanele de materiale folosite au fost sterilizate în prealabil prin menținere la radiații UV, 30 minute pe fiecare față.

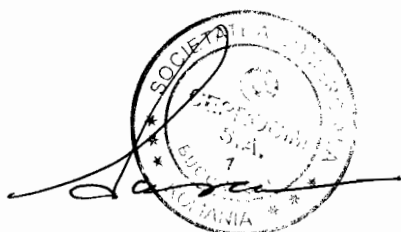
### Exemplul 1

În tabelul 1, sunt prezentate rezultatele obținute în cazul mortarului cu raport ciment : nisip de 1 : 3 și cu o proporție 2% agent antimicrobian.

Tabelul 1

Caracteristica		Valoare determinată
Densitate aparentă (g/cm <sup>3</sup> )		1,94
Porozitate aparentă (%)		19,81
Compactitate (%)		80,17
Rezistență mecanică la compresiune (MPa)	28 zile	18,7
	56 zile	19,8

În tabelul 2, sunt prezentate rezultatele testelor activității anti-aderente și activității microbiocide în cazul mortarului cu raport ciment : nisip de 1 : 3 și cu o proporție 2% agent antimicrobian.



Tabelul 2

Material/Rezultat	Activitate anti-aderență (log UFC/mL)		Activitate microbică (log UFC/mL)	
	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>
Martor de creștere	-	-	6.66x10 <sup>9</sup>	6 x10 <sup>10</sup>
Material fara agent antimicrobian	6.66x10 <sup>6</sup>	2.66x10 <sup>6</sup>	1x10 <sup>8</sup>	6 x10 <sup>10</sup>
Material cu agent antimicrobian 2%	10	10	4.66x10 <sup>3</sup>	10

**Exemplul 2**

În tabelul 1, sunt prezentate rezultatele obținute în cazul mortarului cu raport ciment : nisip de 1 : 3 și cu o proporție 5% agent antimicrobian.

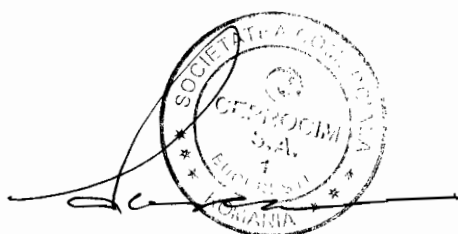
Tabelul 1

Caracteristica	Valoare determinată	
Densitate aparentă (g/cm <sup>3</sup> )	1,92	
Porozitate aparentă (%)	19,07	
Compactitate (%)	79,34	
Rezistență mecanică la compresiune (MPa)	28 zile	17,8
	56 zile	18,9

În tabelul 2, sunt prezentate rezultatele testelor activității anti-aderente și activității microbicide în cazul mortarului cu raport ciment : nisip de 1 : 3 și cu o proporție 2% agent antimicrobian.

Tabelul 2

Material/Rezultat	Activitate anti-aderență (log UFC/mL)		Activitate microbică (log UFC/mL)	
	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>
Martor de creștere	-	-	6.66x10 <sup>9</sup>	6 x10 <sup>10</sup>
Material fara agent antimicrobian	6.66x10 <sup>6</sup>	2.66x10 <sup>6</sup>	1x10 <sup>8</sup>	6 x10 <sup>10</sup>
Material cu agent antimicrobian 5%	10	10	10	10



## Revendicări

1. Mortar antimicrobian, **caracterizate prin aceea că** este constituit din ciment tip CEM I și nisip de râu în raport 1 : 3 și 2 – 5% agent aniticrobian de tipul hidroxiapatitei,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , în care calciul a fost parțial dizlocuit cu argint într-un raport  $\text{Ag}/\text{Ca}=0,66$ .
2. Mortar antimicrobian, definit în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că, are o densitate de minimim  $1,9 \text{ g/cm}^3$  și o rezistență mecanică la compresiune, pentru termenul de 28 zile de minimim 18 MPa.
3. Mortar antimicrobian, definit în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că prezintă efect anti-aderență și microbiocid atât asupra tulpinilor gram-pozitive cât și asupra celor gram-negative.

