



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 01049**

(22) Data de depozit: **04/12/2018**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/01/2022** BOPI nr. **1/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2020 BOPI nr. **6/2020**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE TEXTILE
PIELĂRIE - SUCURSALA INSTITUTUL DE
CERCETARE PIELĂRIE ÎNCĂLȚĂMINTE,
STR. ION MINULESCU NR.93, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **SONMEZ MARIA, STR. PLEVNEI NR. 17,
VILA 3, BRAGADIRU, IF, RO;**
• **ALEXANDRESCU LAURENȚIA,
CALEA VICTORIEI NR. 128A, AP. 10,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **JUGĂNARU MIRCEA, BD.UNIRII, NR.30,
BACĂU, BC, RO;**
• **STELESCU MARIA DANIELA,
STR. CÂMPIA LIBERTĂȚII NR. 42, BL. B2,
SC. C, ET. 3, AP. 96, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**YINMIN ZHANG Ș.A., "DYNAMIC
MECHANICAL PROPERTY OF
KAOLINITE/STYRENE- BUTADIENE
RUBBER COMPOSITES MECHANICS",
MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING,
ISSN, PP. 2412-5954, 2017;
CN 101921437 (A)**

(54) **COMPOZIT POLIMERIC INGNIFUG PE BAZĂ DE CAUCIUC
TERMOPLASTIC RANFORSAT CU MICROPARTICULE
MODIFICATE**



RO 134221 B1

1 Invenția se referă la un compozit polimeric ignifug pe bază de cauciuc termoplastic
de tip stiren-butadienă-stiren (SBS) ranforsat cu pulbere de caolină și dolomit modificat la
3 suprafața cu compuși organo-anorganici.

5 Materialul compozit ignifug pe bază de SBS ranforsat cu caolină și dolomit modificat
la suprafața cu precursor de siliciu (tetraetilortosilicat) și/sau izopropoxid de titan (IzoProp)
este destinat realizării tălpilor de protecție din care este confecționată încălțăminte de pompierilor,
7 dar poate fi utilizată și în alte domenii unde există risc termic (turnătorii, fabrici de oțel,
instalațiile de procesare a alimentelor de gătit cu căldură ridicată, instalații cu produse
9 chimice încălzite sau orice proces de fabricație care include condiții fierbinți etc). În funcție
de gradul de ranforsare și de tehnologia de obținere, pot fi obținute materiale compozite cu
11 diverse grade de uzură, duritate, elasticitate, rezistență la rupere/sfășiere etc.

13 În țară, există foarte puțini producători (AGDESY, Suceava și DALGECO, Constanța),
care realizează tălpi de încălțăminte de protecție pentru pompieri, rezistente la foc. Tălpile
realizate de ei sunt pe bază de cauciuc nitrilic vulcanizate, nu sunt reciclabile, nu pot fi pro-
15 cesate în flux continuu și degajă nitrozamine cancerigene. La nivel mondial, există o tendință
accentuată în dezvoltarea unor materiale compozite pe bază de polimeri, cu rezistență
17 termică/foc îmbunătățită.

19 Un astfel de material a fost studiat în cererea de brevet **CN 105237822 A**, ("*Formula
of shoe sole material synthesized by natural rubber and SBS and preparation method for
shoe sole material*") unde este descris un amestec pentru realizarea tălpilor de încălțăminte
21 având următoarea compoziție: 60-80 părți cauciuc natural, 15-25 părți SBS, 10-20 părți
negru de fum alb, 10-15 părți EVA, 10-15 părți polibutadienă, 0,5-1 parte Si-69 (cu rol de
23 agent de compatibilizare), 0,3-0,5 părți dietilenglicol, 0,8-1,6 părți dintr-un agent de
vulcanizare - dicumul peroxid și 5-15 părți dintr-un agent de înmuiere cu proprietăți antioxi-
25 dante (ciclo-octadienă). Metoda de obținere a amestecului din care este realizată talpa
încălțăminte cuprinde: plastifierea cauciucului natural într-un mixer intern, adaosul secvențial
27 al celorlalte materii prime urmată de adaosul agentului de vulcanizare, pentru a avea loc
reticularea cauciucului. În acest brevet, nu sunt prezentate informații cu privire la rezistența
29 la abraziune și nici valori ale indicilor de fluiditate obținute. Metoda de procesare este una
greoaie, și nu poate fi realizată în flux continuu.

31 Un alt material pentru obținerea tălpilor de încălțăminte din spumă de cauciuc cu
greutate redusă, performanțe de întârziere a flăcării și rezistența la uzură, a fost studiat în
33 cererea de brevet **CN 102311588 A**, ("*Lightweight, flame retardant and rubber foaming sole
material and manufacturing method thereof*"). Materialul conform invenției are următoarea
35 compoziție: 85 părți polietilenă clorosulfonată (CSM), 15 părți cauciuc butadienic (BR), 30
părți carbon alb, 20-30 părți agent de ignifugare - polistiren bromurat, 1 parte agent de
37 expandare - 4,4'-oxibisbenzen sulfonil (OBSH), 3 părți polietilenglicol, 5 părți triocetiltrimelita
(TOTM), 5 părți MgO, 3 părți pentametilen bis tetrasulfura (DPTT), 0,5 părți trietil izocianurat
39 (TAIC), 2 părți pentaeritritol, 1 parte stearat de zinc, 1 parte antioxidant - N, N-dibutil
ditiocarbamat de nichel (NBC), 0,5 părți ceară microcristalină. Un dezavantaj al acestei
41 metode constă în faptul că, se utilizează ca agent de ignifugare compuși clorurați, considerați
ca fiind bioacumulative/potențial toxice asupra organismului uman precum și compuși
43 persistenți în mediu.

45 O altă formulare pe bază de PVC pentru obținerea cizmelor cu proprietăți antistatice
și cu proprietăți de întârziere a flăcării a fost studiat în cererea de brevet **CN 1408755 A**,
47 ("*Flame-retardant anti-static boots material formulation and its producing method*").
Compoziția conform invenției pentru obținerea a 200 de perechi de încălțăminte constă din:
10-40 kg de policlorura de vinil (PVC), 60-100 kg dioctil ftalat alifatic, 20-60 kg de dibutil ftalat

RO 134221 B1

grăsimi, 20-60 kg sulfat de plumb tribazic, 0,5-3 kg fosfat de plumb dibazic, 1-2 kg stearat de bariu, 1-2 kg carbonat de calciu, 3-20 kg agent antistatic negru de fum conductiv - SH-105, 2-30 kg cauciuc nitrilic pulbere etc. Este bine cunoscut faptul că, plumbul este un material toxic, potențial cancerigen, susceptibil de a dăuna fertilității precum și foarte toxic pentru mediul acvatic, cu efecte pe termen lung.

O altă compoziție cu proprietăți ignifuge, prezentată în literatura de specialitate, pentru obținerea cablurilor fără halogeni a fost studiat în cererea de brevet **CN 101921437 A**, („*Low smoke zero halogen thermoplastic elastomer flame-retardant cable material and production method thereof*”). Conform invenției materialul are următoarea compoziție: 100 părți în greutate cauciuc etilenă-propilenă diene monomer (EPDM), 50-200 părți SEBS sau SEBS grefată cu anhidrida maleică, 55-100 părți agenți de ranforsare, 100-300 părți agent de înmuiere și plastifiant, 0-5 părți pigment - TiO_2 , 8-12 părți agent auxiliar (stearat de zinc, acid stearic, ceară pe bază de polietilena), 1-4 părți agent de reticulare - bis-t-butilperoxid izopropil benzen, 150-550 părți de agent ignifug - hidroxid de magneziu și aluminiu, borat de zinc, 40 părți de cauciuc lichid - poliizobutilena sau polibutadiena etc. După cum se poate observa, în acest amestec se utilizează cantități ridicate de agenți de ranforsare/ignifugare, ceea ce conduce la vâscozități foarte ridicate și implicit la probleme de procesabilitate. Mai mult decât atât, la un asemenea grad de ranforsare era necesară și modificarea suprafeței agenților de ignifugare/ranforsare, în vederea îmbunătățirii compatibilității/dispersibilității lor în masa polimerică.

Un alt material cu proprietăți de întârziere a flăcării, destinat ca material de acoperire pentru țesături, tapițerii, covoare, industria automobilelor, construcții, electronice și comunicații etc, a fost studiat în cererea de brevet **WO 071124 A1**, („*Fire retardant systems for polymers that enable flexibility and strength*”), și are următoarea compoziție: 5-25 wt% copolimer bloc pe bază de stiren hidrogenat, 6-40 wt% poliolefine, 50-80 wt% întârziatori de flăcără anorganici $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, 0-5 wt% agenți de modificare (silani, siloxani, stearați), 0-5 wt% copolimer bloc stiren funcționalizat, 0-7 wt% lichid agro-derivat rezistent la temperatură, 0,05-1 wt% antioxidant, 0-7 wt% aditivi opționali (dezactivatori metalici, coloranți, șarje, lubrifianți). În acest document nu sunt prezentate, date (FTIR, EDAX, SEM) privind eficiența încapsulării/modificării suprafeței agenților de întârziere a flăcării cu agenți de funcționalizare și nici date privind gradul de compatibilitate existent între faze. Prin urmare este foarte dificil de cuantificat influența acestor tipuri de particule asupra proprietăților fizico-mecanice sau termice.

Alt document din stadiul tehnicii cu autor **Yinmin Zhang ș.a., *Dynamic Mechanical Property of Kaolinite/Styrene-Butadiene Rubber Composites Mechanics, Materials Science & Engineering, March 2017 – ISSN 2412-5954***, prezintă obținerea unor compoziții pe bază de SBS și caolin modificat.

Elastomerii termoplastici (TPE) reprezintă o categorie principală de polimeri caracterizate prin proprietăți mecanice similare cu elastomerii (rezistență, duritate, elasticitate etc.) dar procesate pe echipamente specifice maselor plastice. Copolimerii SBS alcătuite din blocuri de stiren și butadienă, sunt o clasă de elastomeri termoplastici, al cărui comportament elastic și termoplastic se regăsesc împreună, în cadrul aceluși material. SBS este un elastomer termoplastic nesaturat, compus dintr-o fază rigidă (stiren) și o fază moale (butadienă). Un mare avantaj al cauciucului SBS este prețul de cost scăzut, lipsa utilizării sistemelor de vulcanizare, reciclabilitatea precum și ciclul de procesare scurt. Cu toate acestea, SBS-ul este extrem de inflamabil (LOI = 19,3%), și necesită adăosul unor aditivi de ignifugare, pentru a putea fi utilizat în medii cu risc termic. Cei mai frecvenți și eficienți aditivi de ignifugare utilizați pentru îmbunătățirea rezistenței la foc a elastomerilor sunt cei clorurați/bromurați

RO 134221 B1

1 utilizați în general în combinație cu Sb_2O_3 (cancerigen). În conformitate cu Convenția de la
Stockholm, aceștia sunt considerați nu numai compuși persistenți în mediu, dar și
3 bioacumulative/potențial toxice asupra organismului, iar prin încălzire/aprindere, pot produce
fum și gaze toxice, concentrația maximă admisă (5 ppm-Cl și 0,1 ppm-bromurilor). Din
5 această cauză, diverși aditivi de ignifugare - intumescenti (hidroxizi metalici, compuși pe
bază de fosfor etc.) singuri și/sau în combinație cu nanofibre de carbon, montmorilonit,
7 carbonat de calciu, alumina, attapulgit, au fost testați pentru ignifugarea produselor din
cauciuc. Cu toate acestea, acești aditivi de ignifugare, prezintă o serie de probleme
9 dependente de sistemul ales. Materialele ignifuge pe bază de fosfor cresc cantitatea de
monoxid de carbon și de fum în timpul arderii, hidrații (exemplu: hidratul de aluminiu) se des-
11 compun printr-un proces endoterm pentru a produce apă, și se utilizează la un asemenea
grad de încălzire (40-70%) încât proprietățile fizico-mecanice ale polimerului, sunt com-
13 promise excesiv. Prin urmare este necesară găsirea unei soluții viabile pentru îmbunătățirea
rezistenței termice la flacără a SBS-ului, precum și menținerea proprietăților fizico-mecanice,
15 în limite acceptabile, în funcție de domeniul și de condițiile de utilizare a compozitului. În
vederea evitării problemelor asociate cu agenții de ignifugare convenționali, în prezenta
17 invenție s-a selecționat dolomitul și caolina ca aditivi pentru ignifugarea/îmbunătățirea
stabilității termice a SBS-ului. Aceste două tipuri de pulberii anorganice, sunt prietenoase
19 mediului, fără impact negativ asupra sănătății oamenilor, conferind totodată și proprietăți
fizico-mecanice, chimice, termice optime, rentabile economic. Cu toate acestea, dolomitul
21 și caolina sunt hidrofile și prin urmare au o compatibilitate limitată cu polimerii hidrofobi, se
aglomerează în masa de SBS, conducând la proprietăți fizico-mecanice slabe. Mai mult, cu
23 cât procentul de dolomit sau caolina este mai ridicat, cu atât gradul de aglomerare v-a fi mai
mare. Prin urmare pentru a reduce aglomerarea și a facilita dispersabilitatea micropulberilor
25 în masa de SBS, este necesară modificarea suprafeței lor, cu agenți de cuplare precum acizi
grași, silani, salicilați, fosfonați, tianați etc. Caolina cu structura chimică $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$
27 este o argilă minerală, similară din punct de vedere al compoziției cu halloysite, alcătuită din
două straturi, dintre care unul tetraedric format din siliciu și oxigen atașat la stratul octaedric
29 de alumina. Teoretic, caolina are următoarea compoziție: 39,8% alumina, 46,3% siliciu și
13,9% alte ingrediente. Datorită acestei structurii, caolinul este considerat un material
31 promițător cu rol de agent de ignifugare. Dolomitul este un carbonat dublu, ce conține în
structura sa o alternanță între ionii de calciu și magneziu, având o activitate chimică de
33 suprafață foarte redusă. Din această cauză, este utilizat mai degrabă ca un material de
umplutură convențional (pentru reducerea costurilor) și nu ca agent de ranforsare activ (cu
35 proprietăți de îmbunătățire a proprietăților fizico-mecanice, chimice, termice). Pentru a putea
fi utilizat ca un agent de ranforsare activ, este necesară modificarea suprafeței lui cu agenți
37 de cuplare sau cu acizi organici.

Prezenta invenție descrie metoda de obținere a unui material compozit pentru
39 realizarea tălpilor de protecție din care este confecționată încălțăminte pompierei, pe bază
de cauciuc termoplastice de tip stiren-butadiena-stiren ranforsat cu caolina modificată la
41 suprafață cu izopropoxid de titan și pulbere de dolomit funcționalizat cu izopropoxid de titan
și tetraetilortosilicat (un precursor de siliciu), în vederea îmbunătățirii stabilității termice,
43 compatibilității și a dispersabilității microparticulelor, în matricea de cauciuc stiren-butadienă-
stiren.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea în flux continuu de
45 noi compozite fără halogeni și substanțe toxice pentru realizarea tălpilor de protecție cu
47 rezistență la foc îmbunătățită.

RO 134221 B1

Compozitul polimeric ignifug pe bază de cauciuc stiren-butadienă-stiren ranforsat cu microparticule de caolin și dolomit modificate la suprafață conform invenției, este format din	1
100 părți cauciuc termoplastice pe bază de stiren-butadienă-stiren, până la 5 părți caolin	3
modificat cu 10 părți izopropoxid de titan, 30...75 părți dolomit modificat cu 5 părți izopropoxid de titan, și 5 părți precursor de siliciu-tetraetilortosilicat.	5
Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje competitive:	
- obținerea unor noi compozite în flux continuu, reciclabile, fără halogeni și substanțe toxice pentru realizarea tălpilor pentru încălțăminte de protecție, cu rezistență la foc îmbunătățită;	7
- proprietăți fizico-mecanice (duritate, rezistență la rupere, sfâșiere, uzură) net superioare;	9
- contracție redusă la formare;	11
- rezistență la acțiunea corozivă a factorilor de mediu;	13
- consum redus de energie în ceea ce privește tehnologiile de formare a pieselor, datorită proprietăților de curgere optime;	15
- rezistență chimică;	17
- compatibilitate, dispersabilitate și aderență bună cu matricea polimerică.	17
Invenția constă în realizarea unui material compozit fără halogeni, pe bază de SBS ranforsat cu microparticule de caolină și dolomit modificat la suprafață cu precursori de titan și/sau siliciu, pe un extruder-granulator dublu șneccat urmată de realizarea unor produse finite (tălpi pentru încălțăminte de protecție) prelucrabile prin injecție în matrițe la temperaturi și presiuni controlate, care să îndeplinească acele caracteristici necesare utilizării în aplicații specifice precum, rezistența la rupere, temperatură, sfâșiere, uzură, compatibilitate/dispersabilitate maximizată la interfața polimer-microparticulele, proprietăți de curgere optime în topitură, reciclabile, obținute la un preț de cost scăzut. Compozitele obținute conform invenției sunt prietenoase mediului și nu pun în pericol sănătatea oamenilor deoarece, pulberile utilizate ca agenți de ignifugare sunt netoxice.	19
În prezenta invenție, s-a dezvoltat o metodă simplă și fezabilă de îmbunătățire a interfeței cauciucului SBS/agent de ranforsare prin modificarea suprafeței pulberilor de caolină și dolomit, cu precursori de titan (izopropoxid de titan) și/sau precursori de siliciu capabili să se lege selectiv atât pe suprafața pulberilor (prin legături -OH), iar rețeaua anorganică care se formează să permită o mai bună aderență și compatibilitate cu suprafața matricei polimerice. Mai mult, introducerea unor cantități suplimentare de siliciu în masa de dolomit poate favoriza, suplimentar carbonizarea/formarea de cărbune organic pe suprafața SBS, limitând în acest fel expunerea ridicată a materialului la oxigen și căldură (menține volatilele inflamabile în interiorul compozitului), ceea ce duce la scăderea inflamabilității. Modificarea suprafeței caolinei și dolomitului cu organo-titanați, va îmbunătăți dispersia microparticulelor în masa de SBS, stabilitatea termică, mecanică, UV și vor induce proprietăți de auto-stingere, datorită descompunerilor, cu formare de CO ₂ la T > 400°C.	21
Procedeele de obținere a materialelor compozite cuprind operațiile de caracterizare materii prime, dozare, realizare compozit polimeric pe bază de SBS/microparticule de caolină și dolomit funcționalizate cu titanați prin extrudare, obținere produse finite prin injecție urmată de caracterizare produse finite și ambalare.	23
Produsele obținute sunt sub formă de granule procesabile în produse finite prin injecție cu proprietăți fizico-mecanice performante, densități peste 1 g/cm ³ , preț de cost scăzut, rezistență la acțiunea agenților chimici agresivi, rezistență la temperaturi ridicate, uzură scăzută, vâscozitate redusă, iar proprietățile fizico-mecanice se încadrează în standardul de produs EN 15090 CE - încălțăminte pentru pompieri.	25
	27
	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45
	47

RO 134221 B1

1 Produsele conform invenției, elimină dezavantajele menționate, prin aceea că sunt
2 compozite pe bază de cauciuc stiren-butadien-stiren ranforsate cu caolină și dolomit modi-
3 ficate la suprafață cu titași și/sau cantități suplimentare de siliciu, prelucrabile prin
4 extrudare, destinate procesării tălpilor pentru încălțăminte de protecție pentru pompieri sau
5 pentru încălțăminte utilizabilă în medii de lucru cu risc termic. Modificarea suprafeței micro-
6 particulelor cu organo-titași, îmbunătățește compatibilitatea la interfață, iar datorită
7 stabilității termice ridicate a acestor tipuri de oxizi (TiO_2 și SiO_2) se îmbunătățesc proprietățile
8 termice, fizico-mecanice și de procesabilitate, comparativ cu amestecurile necompatibilizate.

9 În cele ce urmează se prezintă un exemplu de compozit pe bază de cauciuc stiren-
10 butadienă-stiren ranforsat cu pulbere de caolină și dolomită modificată la suprafață cu
11 precursori de titan și/sau siliciu.

Exemplu

12 Se omogenizează într-un extruder granulator dublu șnec cu corotație, 100 părți de
13 cauciuc stiren-butadienă-stiren (Cardinal), 0-5 părți de caolină modificată la suprafață cu 10
14 părți de izopropoxid de titan, 30-75 părți dolomită modificată la suprafață cu 5 părți de
15 izopropoxid de titan și 5 părți tetraetilortosilicat (precursor de SiO_2). Parametrii de omo-
16 genizare pe cele 9 zone ale extruderului-granulator se realizează conform următorului profil
17 de temperatură: 140-150-160-165-170-170-165-140-130°C și viteza de rotație a șnecurilor
18 ~ 300 rpm și menținut constant pentru o bună omogenizare. Compozitul omogenizat obținut
19 este extrudat prin filiera sub formă de șnur, răcit brusc într-o baie cu apă, acesta fiind
20 prevăzut cu ghidaje având rol de a dirija amestecul în camera de uscare, uscat cu aer cald,
21 granulat și ambalat. Caolina utilizată în amestec, a fost imersată/acoperită cu alcool etilic (rol
22 mediu de reacție), agitat continuu la 300 rpm și la temperatura de 40-50°C, urmată de
23 adaosul sub formă de picături a 10 părți de izopropoxid de titan raportată la 100 părți
24 pulbere, agitat în continuu pentru încă 2 h, urmată de adaosul a 10 părți de apă distilată
25 pentru a avea loc hidroliza, spălat cu alcool din abundență pentru îndepărtarea agentului de
26 funcționalizare nelegat, filtrat sub vid, uscat la temperatura de 80°C și mojarat. Dolomitul a
27 fost funcționalizat în condiții similare ca în cazul caolinei cu mențiunea că, înainte de adaosul
28 a 5 părți de izopropoxid titan se adaugă sub formă de picături fine 5 părți de tetraetilortosilicat
29 cu rol de precursor de siliciu, restul etapelor fiind identice ca în cazul caolinei.

30 Din granulele rezultate, pe bază de cauciuc stiren-butadienă-stiren ranforsat cu
31 microparticule funcționalizate, se realizează plăci la dimensiunea de 150 x 150 x 4 mm, prin
32 presare în matriță prin metoda compresiei la următorii parametri optimi stabiliți:

- 33 - temperatura platanelor = 170°C;
- 34 - timp de preancalzire - 2 min;
- 35 - timp de presare - 2 min;
- 36 - timp de răcire - 8 min;
- 37 - presiune - 300 kN.

38 Din plăcile obținute, se ștanțează epruvete de tip halteră-rezistența la rupere,
39 pantalon-rezistență la sfâșiere, cilindrice-uzură etc, iar după condiționare timp de 24 h la
40 temperatura camerei acestea sunt supuse determinărilor fizico-mecanice. Analiza morfo-
41 structurală (EDAX, SEM) s-a realizat în secțiunea de rupere pe epruvetele rezultate în urma
42 determinărilor fizico-mecanice. Amestecurile au fost de asemenea caracterizate prin FTIR
43 și termic - DSC.

44 Caracteristicile fizico-mecanice sunt următoarele: Duritate: 80-95°Sh A; Rezistența
45 la rupere: 3,64-7,03 N/mm²; Rezistența la sfâșiere: 21,52-23 N/mm²; Densitate:
46 1,22-1,44 g/cm³, Rezistența la abraziune: > 300 mm², MFI la 180°C, forța de apăsare 10 Kg:
47 35-75 g/10 min.

RO 134221 B1

Microscopia electronică de baleaj efectuată pe amestecurile procesate, demonstrează o compatibilitate și o dispersabilitate foarte bună a microparticulelor de caolină și dolomit modificat în masa de SBS. Analiza EDAX efectuată pe amestecurile obținute, pun	1
în evidență elementele constitutive ale caolinei (Al, Si, O, C, Fe) și dolomitului (Ca, Mg, O, C), precum și prezența titanului, intensitatea acestuia fiind cu atât mai mare cu cât procentul	3
de titan este mai ridicat, ceea ce demonstrează că metoda de modificare aleasă a permis	5
modificarea cu succes a suprafeței microparticulelor. Analiza FTIR, confirmă de asemenea	7
faptul că modificarea a avut loc, pe baza identificării benzilor caracteristice, provenite atât	9
din izopropoxidul de titan cât și din tetraetilortosilicat (precursor de siliciu). Analiza termică	9
DSC-TG, înregistrată pe amestecul SBS/dolomit modificat indică o stabilitate bună până la	11
250°C (pierderea de masă 0,57% fiind cauzată de eliminarea unor urme de solvent). Testul	11
de ardere verticală UL 94 la flacără directă, indică faptul că compozitul obținut se încadrează	13
în clasa de inflamabilitate - V2.	13

RO 134221 B1

1

Revendicare

3

Compozit polimeric ignifug pe bază de cauciuc stiren-butadienă-stiren ranforsat cu microparticule de caolină și dolomită modificate la suprafață, **caracterizat prin aceea că**, este format din 100 părți cauciuc termoplastice pe bază de stiren-butadienă-stiren, până la 5 părți caolină modificată cu 10 părți izopropoxid de titan, 30...75 părți dolomită modificată cu 5 părți izopropoxid de titan, și 5 părți precursor de siliciu-tetraetilortosilicat.

5

7



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 29/2022