



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2018 00867**

(22) Data de depozit: **20/12/2018**

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

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEXTILE ȘI PIELĂRIE,
STR. LUCREȚIU PĂTRĂȘCANU NR. 16,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **AILENI RALUCA MARIA,
PIAȚA VOIEVOZILOR NR.25, BL.A12, ET.4,
AP.18, IAȘI, IS, RO;**

• **CHIRIAC LAURA, ȘOS. PANTELIMON
NR.291, BL.9, SC.A, ET.9, AP.35,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SURDU LILIOARA, ȘOS.PANTELIMON
NR.146, BL.101, SC.2, ET.8, AP.53,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SOARE VASILE, STR.BACIULUI NR.14,
BL.9, SC.3, ET.4, AP.60, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **NEAGU GEORGETA, STR. AMICIȚIEI
NR. 63 SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **ȚESĂTURĂ PELICULIZATĂ CU MICROPARTICULE
METALICE, DESTINATĂ REALIZĂRII SENZORILOR TEXTILI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei țesături electroconductive destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile. Procedeu, conform invenției, constă în etapele de pregătire a suportului țesut compus din fire filate de bumbac 100% prin curățare alcalină și albire, depunerea unei paste polimerice electroconductive pe bază de microparticule metalice de argint și poliuretan-diol, alcool polivinilic și agent de

îngroșare polimeric, utilizând un aparat de peliculizare cu raclare, urmată de reticulare controlată, la temperatura de 100...120°C, timp de 5...3 min, prin convecție sau încălzire dielectrică, rezultând o țesătură funcționalizată cu o suprafață conductivă având rezistența de suprafață de $2,2 \times 10^2 \dots 6,6 \times 10^5 \Omega$.

Revendicări: 4
Figuri: 2



DESCRIEREA

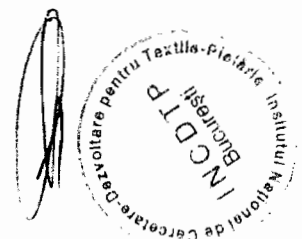
Țesătură peliculizată cu microparticule metalice destinată realizării senzorilor textili

Invenția se referă la un procedeu de funcționalizare a unei țesături din bumbac 100% destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile, prin procedeul peliculizării, care constă în depunerea prin raclare pe una din suprafețe a unei paste conținând produse polimerice aderente peliculogene (poliuretani, alcool polivinilic, agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici) și microparticule de argint cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm și reticulare la temperatura de 100...120 $^{\circ}\text{C}$, ulterior pregătirii constând în fierbere-albire, clătiri succesive și activare termică controlată timp de 30...60 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.

La nivel mondial există brevetele **US6289939**, **US3586597A**, **US3582445A** și **US3582448A** care prezintă invenții de țesături pe bază de fibre sau fire conductive utilizate pentru obținerea produselor cu proprietăți antistatice. În cererile de brevet **US6627861B2** și **US6172344** sunt prezentate elemente textile electroconductive cu proprietăți specifice semiconductorilor pe bază de metale, fibre de carbon, cerneluri pe bază de carbon și broderii cu fire conductive, pentru a obține circuite electrice care produc încălzirea suprafeței îmbrăcăminte sau a scaunelor auto. Din literatura științifică (**Kucińska-Lipka, 2018**) se cunoaște faptul că prin fotopolimerizare prin tehnica cross-linking se pot obține hidrogeluri biocompatibile din poliuretan-diol și alcool polivinilic, care pot fi utilizate în medicina regenerativă și pentru îmbunătățirea citocompatibilității implanturilor neuronale sau coheare, prin tratarea suprafeței microelectrozilor invazivi cu hidrogeluri pe bază de poliuretan și alcool polivinilic (**Li et al., 2015**).

Supportul textil este o țesătură din fire filate de bumbac 100%, dublate și răsucite, cu densitatea de lungime a firelor exprimată în Tex (Nm) = 47,36 x 2 (21,11/2) și Tex (Nm) = 44,45 (22,5/2), cu torsiunea firului simplu între 648...715 torsiuni/m și răsucirea între 386...420 torsiuni/m, masa pe unitatea de suprafață a țesăturii fiind cuprinsă între 440...456 g/m^2 .

Procedeul de realizare a țesăturii electroconductive, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut constând în curățare alcalină și albire, operația de depunere a pastei polimerice electroconductive prin procedeul peliculizării prin raclare și operația de reticulare la temperatură de 100...120 $^{\circ}\text{C}$.



Operația de pregătire a țesăturii prin procedeul de epuizare, se realizează la un raport de flotă de 1:5...1:10, constând în curățare alcalină cu o soluție care conține 8...10 g/L hidroxid de sodiu 50%, 2...4 g/L carbonat de sodiu, 1...2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, la temperatura de 95...98°C, timp de 60...90 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, albire cu 10...20 mL/L apă oxigenată 30% p.a., 2...4 g/L hidroxid de sodiu 50%, 1...2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, 0,5...1 g/L agent de stabilizare a apei oxigenate, la temperatura de 95...98°C, timp de 60 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, neutralizare cu 0,5...1 mL/L acid acetic 60%, uscare prin convecție sau prin activare termică controlată timp de 30...60 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.

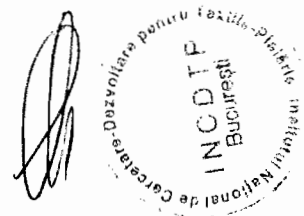
Operațiile de pregătire a suportului țesut constând în curățare alcalină și albire au ca scop stabilizarea dimensională, îndepărtarea însoțitorilor naturali și tehnologici ai fibrelor și țesăturii, îmbunătățirea hidrofiliei și capacității de absorbție a substanțelor polimerice, astfel încât suportul textil să devină o suprafață de contact stabilă și curățată în profunzime, la care pasta electroconductivă, conținând substanțe polimerice peliculogene (de exemplu: poliuretan-diol, alcool polivinilic, agenți de îngroșare pe bază de sare de amoniu a acidului carboxilic), micro particule de argint, să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii și care să asigure un nivel al rezistenței de suprafață cuprins între $10^2...10^5 \Omega$.

Operația de funcționalizare a suprafeței țesăturii constă în depunerea pastei polimerice electroconductive pe bază de microparticule metalice de argint, cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm și poliuretan-diol, alcool polivinilic (PVA) și agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, prin procedeul peliculizării (figura 1) urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 100...120 °C, timp de 5...2 minute.

Obținerea peliculei electroconductive cu conținut de microparticule de argint (figura 2), deci formarea structurii tridimensionale pe fibra textilă, se realizează prin reticulare la temperaturi de 100...120 °C, timp de 5...3 minute, prin convecție, de preferință utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice, sau prin încălzire dielectrică timp de 30...60 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- prin procedeul de peliculizare utilizat se pot obține electrozi flexibili de suprafață;



- datorită reticulării termice, suprafața electroconductivă realizată se fixează pe țesătură și permite obținerea de electrozi textili cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între $2,2 \times 10^2 \dots 6,6 \times 10^5 \Omega$.
- datorită peliculei polimerice pe bază de alcool polivinilic, agenți de îngroșare și poliuretan cu conținut de microparticule de argint, suprafața textilă devine electroconductivă.
- datorită dopării cu microparticule de argint cu dimensiuni cuprinse între $3,5 \dots 45 \mu\text{m}$, țesătura poate fi utilizată la realizarea unor electrozi de suprafață cu caracter antimicrobian.

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, pelicula polimerică obținută în principal din poliuretan, alcool polivinilic și microparticule de argint este uniformă, poroasă, aderentă la suprafața țesăturii, prezentând o anumită capacitate de umflare, proprietăți cauciuc elastice, proprietăți antimicrobiene și valori ale rezistivității de suprafață reduse, caracteristice conductorilor și semiconductorilor.

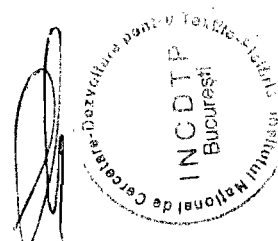
De asemenea, caracterul de noutate constă și în utilizarea pentru uscarea țesăturii a procedurii de încălzire dielectrică și de activare termică controlată a suprafeței textile, în câmp de microunde de frecvență 2,4 GHz, aplicat anterior depunerii pastei conținând substanțe polimerice și microparticule de argint.

Se prezintă în continuare un exemplu de realizare a invenției:

Exemplu:

Supportul textil este o țesătură din fire filate de bumbac 100%, dublate și răsucite, cu densitatea de lungime a firelor exprimată în Tex (Nm) = $47,36 \times 2 (21,11/2)$ și Tex (Nm) = $44,45 (22,5/2)$, cu torsiunea firului simplu între 648...715 torsiuni/m și răsucirea între 386...420 torsiuni/m, masa pe unitatea de suprafață a țesăturii fiind cuprinsă între 440...456 g/m².

Procesul de pregătire a țesăturii se realizează pe un jigher tip Mathis la un raport de flotă de 1:5 și constă în curățare alcalină cu o soluție care conține 10 g/L hidroxid de sodiu 50%, 4 g/L carbonat de sodiu, 2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, la temperatura de 95...98°C, timp de 90 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, albire cu 15 mL/L apă oxigenată 30% p.a., 4 g/L hidroxid de sodiu 50%, 1 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, 1 g/L agent de stabilizare a apei oxigenate, la temperatura de 95...98°C, timp de 60 minute, clătiri succesive cu apă fierbinte și caldă, neutralizare cu 1 mL/L acid acetic 60%, uscare prin activare termică controlată timp de 30 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.



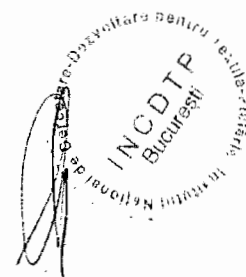
Operația de funcționalizare se realizează pe un aparat de peliculizare tip Mathis (figura 1), prin depunerea pe una din fețele țesăturii a pastei polimerice electroconductive, care conține: microparticule metalice de argint 70%, cu dimensiuni cuprinse între 3,5...45 μm și 5% poliuretan-diol de concentrație 88%, 1% alcool polivinilic (PVA) de concentrație 99% și 2% agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici, urmată de reticulare pe un aparat de uscare-termofixare tip Mathis, la o temperatură de 120 $^{\circ}\text{C}$, timp de 5 minute.

Prepararea pastei polimerice electroconductive se realizează prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp la 10 minute a următoarelor componente: poliuretan-diol și microparticule de argint, soluție de alcool polivinilic, amestecată magnetic timp de 20 minute la temperatura de 96...98 $^{\circ}\text{C}$, și un agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.

Produsul astfel obținut are rezistivitatea de suprafață între $10^2 \dots 10^5 \Omega$, încadrându-se în gama materialelor electroconductive cu potențial de utilizare în realizarea senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile.

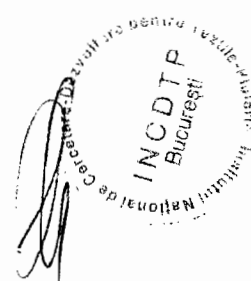
Bibliografie

1. Mortensen, J.A. and Fryer, R., CM Offray and Son Inc, 2001. *High conductivity launder resistant grounding tape*. U.S. Patent 6,289,939.
2. Okuhashi, T., Teijin Ltd, 1971. *Cloth having durable antistatic properties for use in garments and underwear*. U.S. Patent 3,586,597
3. Okuhashi, T., Teijin Ltd, 1971. *Carpet having durable antistatic properties*. U.S. Patent 3,582,445.
4. Yang, S.C., Chi Wei Victory Co Ltd, 2003. Thermoconductive rubber patch. U.S. Patent 6,627,861.
5. GORDON, John Yeats; RIX, John Robert; GERRAD, Graham. Electrically conductive materials. U.S. Patent No 6,172,344, 2001.
6. Kucińska-Lipka, J. (2018). Polyurethanes Crosslinked with Poly (vinyl alcohol) as a Slowly-Degradable and Hydrophilic Materials of Potential Use in Regenerative Medicine. *Materials*, 11(3), 352.
7. Li, M., Zhou, H. H., Li, T., Li, C. Y., Xia, Z. Y., & Duan, Y. Y. (2015). Polyurethane/poly (vinyl alcohol) hydrogel coating improves the cytocompatibility of neural electrodes. *Neural regeneration research*, 10(12), 2048.



REVENDICĂRI

1. Compoziția pastei polimerice electroconductive se **caracterizează prin aceea că** este obținută din 5...10% soluție de poliuretan-diol de concentrație 88%, 1...2% alcool polivinilic de concentrație 99%, 60...80% microparticule de argint cu dimensiuni între 3,5...45 μm și 2...3% agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.
2. Procedul de obținere a pastei polimerice electroconductive, cu conținut de microparticule metalice (argint) **conform revendicării 1**, constă în aceea că pasta este obținută prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp la 5...10 minute a următoarelor componente: poliuretan-diol și microparticule de argint, soluție de alcool polivinilic, amestecată magnetic timp de 20...30 minute la temperatura de 96...98°C, și un agent de îngroșare polimeric pe bază de sare de amoniu a acizilor carboxilici.
3. Țesătura cu proprietăți conductive **caracterizată prin aceea că** este funcționalizată prin aplicarea pastei polimerice electroconductive, având compoziția **conform revendicării 1** și fiind obținută **conform revendicării 2**, prin procedeul pelicularizării prin raclare pe una din fețe și reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la temperatura de 100...120 °C, timp de 5...2 minute, ulterior pregătirii constând în fierbere-albire, clătiri succesive și activare termică controlată timp de 30...60 secunde în câmp de microunde generat de un generator de înaltă tensiune la frecvența de 2,4 GHz și puterea de 700W.
4. Țesătură electroconductivă, **conform revendicării 3**, **caracterizată prin aceea că** procedele de funcționalizare conduc la obținerea unei suprafețe conductive având rezistența de suprafață între 2, 2×10^2 ... 6, 6×10^5 Ω , destinată realizării senzorilor textili pentru sisteme de monitorizare și alte dispozitive electronice flexibile.



FIGURI



Figura 1. Funcționalizarea suprafeței textile prin peliculizare cu pastă polimerică pe bază de microparticule de argint

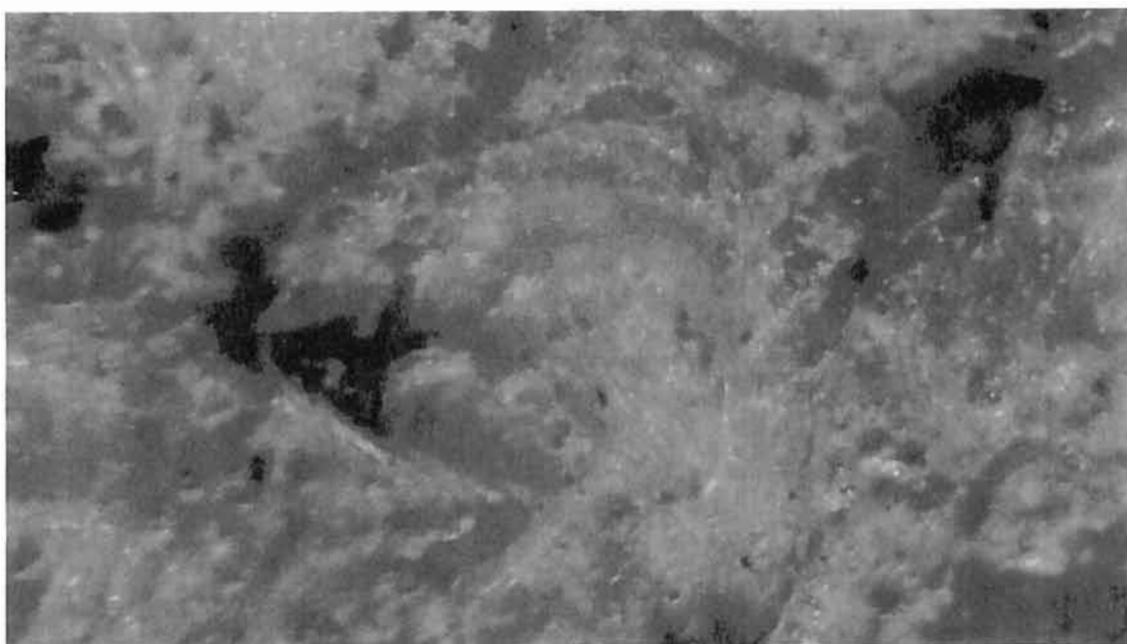


Figura 2. Suprafața textilă funcționalizată prin peliculizare cu pastă polimerică pe bază de microparticule de argint (vedere microscop optic)