



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2019 00775

(22) Data de depozit: 21/11/2019

(41) Data publicării cererii:
27/11/2020 BOPI nr. 11/2020

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

(72) Inventatori:
• CHIULAN IOANA,
ALEEA POIANA CERNEI NR. 2, BL. E5,
ET. 7, AP. 37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;
• PANAITESCU DENIS MIHAELA,
PIAȚA KOGĂLNICEANU NR. 8, SC. B,
ET. 6, AP. 35, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO;

• FRONE ADRIANA NICOLETA,
STR.UIOARA NR.4, BL.50, SC.3, AP.60,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• RADU ELENA - RUXANDRA,
ALEEA EMIL RACOVIȚĂ, NR.4, BL.C6,
SC.1, ET. 1, AP.31, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• VULUGA ZINA,
ALEEA DEALUL MĂCINULUI NR.7, BL.D 34,
SC.B, ET.2, AP.22, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• RADU DORIAN, STR. ARMENIS NR. 4,
BL. J1, SC. B, AP. 18, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• JINESCU GEORGE,
ȘOS.NICOLAE TITULESCU, NR.119, BL.3,
SC.A, ET.4, AP.12, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) COMPOZITE PE BAZĂ DE ELASTOMER SILICONIC
PENTRU APLICAȚII MEDICALE

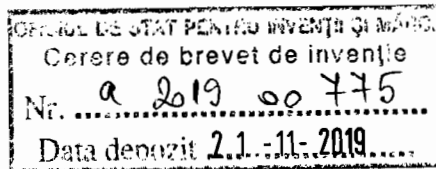
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor compozite pe bază de elastomer siliconic pentru aplicații medicale. Procedeu, conform invenției, constă în amestecarea a 2...5 părți umplutură de tip silice hidrofiliă sau hidrofobă, în stare pulverulentă, uscată, eventual, fire de celuloză și se amestecă cu 40 părți elastomer siliconic lichid, eventual, 40 părți solvent

organic, timp de 10...15 min, la temperatura camerei, după care amestecul se depune pe suport de plastic cu o grosime de 2...4 mm și se lasă la temperatura camerei timp de 8 h, pentru reticulare, rezultând un compozit având o rezistență la rupere îmbunătățită.

Revendicări: 5





COMPOZITE PE BAZA DE ELASTOMER SILICONIC PENTRU APLICĂȚII MEDICALE

Invenția se referă la compozite pe baza de elastomer siliconic cu diverse umpluturi organice și anorganice, care pot fi folosite în aplicații medicale, cum ar fi: chirurgia plastică, pentru masti nazale pediatrice pentru ventilație noninvasivă sau talpa ortopedică pentru picioare, în cazul bolnavilor de platfus. Compozitele pe baza de silicon elastomeric și 2-5% umplutura se obțin prin turnare, în matrită și reticulare la temperatura camerei și prezintă proprietăți mecanice mai bune decât polimerii folosiți ca matrice.

Deseori, elastomerii siliconici disponibili comercial au proprietăți mecanice specifice unei singure aplicații, menționate de producător în fișele lor tehnice. Cu toate acestea, adăugarea unor umpluturi anorganice sau organice, a diversilor aditivi, agenți tixotropici, catalizatori pentru creșterea vitezei de reticulare, agenți de texturare, pot conduce la obținerea de proprietăți mecanice reglabile și deci la o varietate mai mare de aplicații ale matricei polimerice.

Pornind de la acest aspect, prezenta invenție descrie obținerea de noi compozite pe baza de elastomer siliconic, comercializat sub denumirea Translucid ZA 00, raforsat cu agenți de umplutura anorganici de tipul silice hidrofilă și hidrofobă și organic precum celuloza, cu scopul de a îmbunătăți rezistența la rupere, fără să fie afectată flexibilitatea materialului. În cazul mastilor de ventilație, materialul trebuie să fie flexibil, să se deformeze elastic într-o manieră reversibilă și fără să se rupă, să reziste la manipulări repetate, să nu prezinte duritate ridicată, pentru a nu afecta confortul utilizatorului. În ceea ce privește materialele pentru masti de ventilație non-invasivă nu s-au găsit multe rapoarte în literatura de specialitate. În brevetul US 2019/2404414 A1, autorii propun obținerea mastilor de ventilație din material flexibil, din componente unite cu ajutorul unui adeziv care poate fi poliuretan, rasina acrilică, cianoacrilat, material hidrocoloide etc., ceea ce constituie un dezavantaj, ținând cont că invenția este destinată copiilor nou-născuți, a căror piele este extrem de sensibilă și poate fi iritată la contactul cu aceste materiale. În brevetul US 2008/0289216 A1, se prezintă un elastomer siliconic sub formă de gel, pentru obținerea de branturi destinate atât pentru încălțăminte adulților, cât și a copiilor. Din punct de vedere al durității, de aproximativ 50 shore A, la o grosime de 2-6 mm, materialul din acest brevet este potrivit pentru a fi purtat de o persoană perfect sănătoasă, fără caracteristici anatomice speciale, care să conducă la necesitatea unor material mai elastice.

În ceea ce privește articolele medicale concepute pentru persoanele cu deficiență ortopedică, cele mai multe rapoarte se referă la design-ul produsului, ca de exemplu în brevetele US 2019/0343669 A1, US D759,953 S și nu la compoziția materialului utilizat.

In brevetul WO2019/138313A1, se prezintă un material specific pentru branturi utilizabile in cazurile de trauma minoră, oboseala etc, care nu sunt luate in considerare la fabricarea branturilor de larg consum. Inventia se refera la anumite patologii ale piciorului: hallux valgus, pes varus, pes valgus etc., dobandite sau congenitale. Reglarea rigiditatii brantului este realizata prin modificarea geometriei brantului, a unghiurilor dintre diferite portiuni, ceea ce face acest procedeu destul de anevoios, consumator de timp si dependent de calificarile persoanelor implicate in procesul de fabricatie. In brevetul US 10,470,522 B2 se descrie un dispozitiv care poate fi utilizat ca orteza sau brant de sustinere, obtinut din mai multe straturi, o spuma din poliuretan, etilenvinilacetat sau polietilena, un strat textile si un material compozit. Acesta din urma este pe baza de fibra de sticla si o matrice polimerica reticulabila la UV, de ex. rasini epoxidice cu 3% Irgacure sau rasina acrilica cu 0.5% Irgacure. Tehnologia prezentata este destul de complicata, necesita multe echipamente, timp si manopera, iar adaptarea ei pentru un serviciu personalizat este aproape imposibila.

Compozitia specifica compozitelor siliconice dezvoltate in cadrul inventiei inlatura dezavantajele materialelor mentionate mai sus, prin aceea ca se obtin valori mai bune ale alungirii la rupere / rezistentei la rupere. Compozitele polimerice pe baza de elastomer siliconic conform inventiei constau in aceea ca sunt formate din 2...5 g de umplutura anorganica tratata sau nu cu organosilani, 40 g de elastomer siliconici si 40 g de solvent organic. Procedeu de obtinere consta in amestecarea silicei hidrofile in stare pulverulenta, uscata si olosita ca umplutura cu amestecul de silicon lichid, timp de 10...15 minute la temperatura camerei si intinderea lui sub forma de film cu grosime de 2-4 mm, sireticulare la 23-25°C, timp de 8 h.

Compozitele pe baza de elastomer siliconic si silice sunt extrem de utile pentru multe domenii de aplicare deoarece cele doua componente actioneaza synergic pentru a crea un material cu elasticitate ridicata dar si cu rezistenta mecanica buna pana la cca 300 kPa.

Inventia are urmatoarele avantaje:

- realizarea unor materiale noi, cu proprietati mecanice potrivite aplicatiilor medicale, prin operatii simple de prelucrare;
- eliminarea necesitatii de a utiliza echipamente scumpe, utilizate in mod curent la concentratii mari de umplutura;
- materialele din elastomer siliconic si nanosilice pot fi folosite la obtinerea de dispozitive medicale pentru ventilatie noninvaziva sau in podologie ca talonete si orteze.

Compozitele siliconice cu umpluturi organice si anorganice obtinute conform inventiei au fost caracterizate prin:

- rezistența maximă la tracțiune, modul de elasticitate și modulul lui Young, utilizând o mașină universală Instron 3382 dotată cu o celulă de forță de 1 kN, pe epruvete halteră Tip 2. Testarea s-a făcut la temperatura camerei, cu o viteză de tragere de 200 mm/min.

- duritate Shore A., rezultatele sunt cele menționate în tabelul 1

Se dau în continuare exemple de realizarea invenției.

Exemplul 1 2 g de silice hidrofila se introduce într-un vas de plastic și se amestecă cu 20 g de elastomer siliconic bază și 20 g elastomer siliconic catalizator ZA 00 Translucid și se amestecă viguros timp de 10... 15 minute. Amestecul rezultat se depune pe suport de plastic sub forma unui strat cu grosime de 2...4 mm și se lasă la temperatura camerei timp de 8 h, pentru o reticulare completă. Se obține proba P1.

Exemplul 2 Se lucrează ca în exemplul 1 cu deosebirea că, în loc de silice hidrofila, se utilizează fire de celuloză, disponibile comercial cu denumirea "cotton linter". Se obține proba P2.

Exemplul 3 Se lucrează ca în exemplul 1 cu deosebirea că la început silicea hidrofila se gonflează în 40 g de solvent organic, white spirit urmat de amestecarea cu elastomerul siliconic. Se obține proba P3.

Exemplul 4 Se lucrează ca în exemplul 3 cu deosebirea că se utilizează silice hidrofoba, realizată după cum urmează, peste 10 g de nanosilice hidrofila se adaugă 200...3000 g etanol absolut, se ultrasonează timp de 10 min, după care se adaugă 1 g de (3-aminopropil) trietoxisilan (APTES) și 0.5...1 g dietilenglicol. Amestecul de reacție se transvazează în balon de reacție și se lasă la reflux timp de 1 h. La final, silicea funcționalizată se spală în centrifugă cu etanol, de 3 ori. Se usucă în etuvă cu recirculare și apoi la vid, timp de 8 ore. Se obține proba P4.

Tabelul nr 1. Proprietățile mecanice ale amestecurilor obținute

| Denumire proba | Rezistența la rupere [kPa] | Alungire la rupere [%] | Modulul lui Young [kPa] | Duritate Shore A |
|------------------|----------------------------|------------------------|-------------------------|------------------|
| P1 | 550 | 636 | 110 | 28 |
| P2 | 2100 | 311 | 4300 | 20 |
| P3 | 670 | 1252 | 87 | 10,3 |
| P4 | 80 | 549 | 21 | 4,66 |
| Referința | 490 | 733 | 121 | 6 |

**COMPOZITE PE BAZA DE ELASTOMER SILICONIC
PENTRU APLICATIILE MEDICALE**

Revendicari

1. Compozite pe baza de elastomer siliconic cu silice hidrofila **caracterizate prin aceea ca** sunt constituite din 2...5 g de silice hidrofila si 40 g de amestec elastomer siliconic.
2. Compozite pe baza de elastomer siliconic cu celuloza **caracterizate prin aceea ca** sunt constituite din 2...5 g de fibre de celuloza si 40 g de amestec elastomer siliconic.
3. Compozite elastomer siliconic / nanosilice conform revendicarii 1 **caracterizate prin aceea ca** amestecul de reactive este diluat cu 40 parti de solvent organic.
4. Compozite polimerice conform revendicarii 3 **caracterizate prin aceea ca** silicea este tratata cu 1 g organosilan, prin dispersare in solutie in etanol absolut (3-10 %), timp de 1 h sub reflux.
5. Procedeu de obtinere a compozitelor elastomerice cu umplutura anorganica, conform revendicarii 1, **caracterizat prin aceea ca** se amestecă silicea hidrofila in stare pulverulenta, uscata folosita ca umplutura cu amestecul de silicon lichid, timp de 10...15 minute la temperatura camerei si intinderea lui sub forma de film cu grosime de 2-4 mm, si reticulare la 23-25°C, timp de 8 h.