



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00247**

(22) Data de depozit: **22/04/2019**

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

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

(72) Inventatori:
• **SANDU TEODOR, STR. PARÂNGULUI
NR. 43A, ET. 1, AP. 4, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SÂRBU ANDREI, STR. VALEA OLTULUI
NR. 16, BL. A28, SC. C, ET. 2, AP. 37,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **JECU MARIA LUIZA, STR. PICTOR
OCTAV BANCILĂ, NR.8, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **IORDACHE TANȚA VERONA,
ALEEA DOLINA, NR.6, BL.70, SC.1, ET. 1,
AP.4, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **GAVRILĂ ANA MIHAELA, BD.
ALEXANDRU OBREGIA, NR.50, BL.R11,
SC.B, AP.69, ET.6, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **APOSTOL STELUȚA, STR.NOVACI,
NR. 10, BL.P60, SC.4, AP.92, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **RADU ANITA LAURA,
INTRAREA CUCURUZULUI NR. 20,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ZAHARIA ANAMARIA,
BLD. ALEXANDRU OBREGIA, NR.20 BIS,
BL.20, SC.A, AP.14, ET.36, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ARSENE MELANIA LILIANA, STR. COZIA
NR. 8, BL. A7, SC. 4, AP. 49, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **PERLE POLIMERICE CU CONȚINUT DE PARTICULE
MAGNETICE ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE A ACESTORA**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material hibrid organic-anorganic sub formă de perle polimerice cu conținut de particule magnetice cu aplicații în recondiționarea mediului și în biotehnologie. Procedeu, conform invenției, constă în dizolvarea în solvent dimetilsulfoxid la cel puțin 80°C a polimerilor: alcool vinilic, cu grad de polimerizare 1000 și grad de hidroliză 98%, respectiv, copolimer acrilonitril-acid metacrilic, după care se adaugă o cantitate de nanoparticule de magnetită de cel puțin 4% relativ la amestecul

polimeric, și soluția se omogenizează prin amestecare timp de 2 h, după care se adaugă sub formă de picătură într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 40...60% alcool izopropilic și în rest, apă, la temperatura de 20...30°C, rezultând un material sub formă de perle polimerice cu porozitate controlată și proprietăți magnetice care se mențin în baia de coagulare până la utilizare.

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).



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. <u>a 2019 ee 247</u>
Data depozit <u>22-04-2019</u>

PERLE POLIMERICE CU CONȚINUT DE PARTICULE MAGNETICE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTORA

Prezenta invenție se referă la perle polimerice cu conținut de particule magnetice, cu aplicații în recondiționarea mediului și în biotehnologie și la un procedeu de obținere a acestora.

Prin încorporarea de particule cu proprietăți magnetice în perlele polimerice se obțin materiale hibride, formate din două faze, organică și, respectiv, anorganică (de obicei, sub formă de pulbere de dimensiuni nanometrice, jucând rolul de armare a fazei organice). Totodată, materialele obținute pot fi privite ca și compozite, miez-coajă. În această situație, particulele magnetice, reprezentând componenta anorganică, joacă rol de miez, în vreme ce polimerul (sau amestecul de polimeri), care îmbracă pulberea magnetică și care reprezintă faza organică, joacă rolul de coajă. Utilizările materialelor compozite de acest tip, în diferite ramuri ale cercetării și industriei, sunt larg studiate și includ: realizarea de teste imunologice, precum și aplicații biologice/medicale prin co-precipitarea metalelor tranziționale, utilizând polimeri capabili pentru îndeplinirea funcției de coordinație.

Se cunosc mai multe materiale hibride organic-anorganice, în care polimerul joacă rol de componentă organică, iar nanoparticulele magnetice reprezintă componenta anorganică, descrise în diferite studii de literatură:

US 2001/6207313 raportează obținerea de compozite polimerice cu conținut de nanoparticule magnetice utilizând polistiren modificat prin acoperire în calitate de matrice polimeră și oxid de fier (dacă nu se doresc proprietăți magnetice permanente) sau fier organic (pentru materiale superparamagnetice), în calitate de material cu proprietăți magnetice. Indiferent de tipul de material magnetic pe bază de fier avut în vedere, se mai utilizează și materiale comerciale de tip Nafion (suspensie 5 % în alcool sau în apă). Formarea compozitelor implică turnarea volumelor corespunzătoare din fiecare suspensie pe un electrod centrat în interiorul unui magnet cilindric. Metoda prezintă dezavantajul unor cheltuieli ridicate, dată fiind utilizarea de Nafion comercial și de electrozi. Totodată, utilizarea materialelor dezvoltate este limitată la procese electrochimice.

În invenția **EP 2013/2804186A1** se descrie un procedeu de obținere de nanoparticule magnetice utilizând magnetită, acoperită cu un strat de protecție (acid oleic, acid stearic, oleat de sodiu, polivinil pirolidonă), alături de poli(acid 2-acrilamido-2-metil propan sulfonic), reticulat N, N'-metilen bis acrilamidă. Se mai folosește și colofoniu (sau derivați ai acestuia) în calitate de surfactant. Principalul dezavantaj al metodei este acela că se utilizează un număr mare de componente, ceea ce implică costuri de producție mari. Totodată, procedeu implică mai multe etape, obținerea derivaților de colofoniu (cu grupe esterice sau cu grupări amoniu), fiind o etapă de sine stătătoare. Cu cât numărul de etape este mai mare, cu atât randamentul în produs final este mai mic. În plus, lucrul cu colofoniu presupune topirea la 161 °C, ceea ce ridică și problema unui consum energetic.

În invenția **US 1987/4654267** sunt obținute compozite polimerice cu conținut de particule magnetice, utilizând săruri ale fierului sau ale altor metale (mangan, cobalt, nichel), care sunt, ulterior, transformate în oxidul dorit. Cu toate că metoda prezintă avantajele uniformității dimensionale a particulelor și a conținutului de pulbere magnetică, utilizarea în primă fază a sărurilor are ca rezultat complicarea procedurii. Din acest motiv, randamentul în produs util final scade.

În invenția **US 2010/7754278** se prezintă informații referitoare la dezvoltarea de compozite polimerice cu conținut de particule magnetice, utilizând fie polistirenul homopolimer, fie copolimeri ai acestuia. Au fost realizate două variante experimentale, după cum urmează: miez magnetic înconjurat de înveliș polimeric; material magnetic dispersat uniform în matricea polimeră. Principalul dezavantaj constă în aceea că, în primă fază, se prepară o soluție de particule magnetice, care, ulterior, este absorbită în materialul polimer. Astfel, conținutul de material magnetic înglobat în matricea polimeră este redus și, implicit, proprietățile magnetice diminuate. În plus, procesul de absorbție nu poate fi pe deplin controlat și, depinzând de porozitate, se produce o distribuție neuniformă a particulelor magnetice.

În invenția **US 2009/0092837A1** se descrie obținerea de materiale compozite prin reținerea particulelor magnetice în materiale polimerice. Astfel, într-o primă etapă, se realizează acoperirea miezului magnetic cu un polimer inert și, în cea de-a doua etapă, acoperirea cu un polimer hidrofил poros, precum dextranul. Metoda prezintă următoarele deficiențe: utilizarea dextranului (care este un polimer scump), procedură complicată, realizată în două etape. Mai mult decât atât, dextranul nu este rezistent la medii chimice agresive (acizi tari, baze tari), materialele dezvoltate fiind mai puțin indicate pentru tratări de ape uzate.

În invenția **US 1985/4554008** se descrie producerea de particule polimerice magnetice utilizând un miez magnetic (pe bază de oxid metalic) într-un înveliș silanic. Procedura prezintă dezavantajul lucrului la temperaturi ridicate, silanizarea având loc la 160- 170 °C.

În invenția **US 1982/4358388** este descrisă obținerea de rețele pe bază de polimeri hidrofobi, ce înglobează particule magnetice. Metoda de obținere avută în vedere presupune omogenizarea unei soluții apoase de emulgator și a unei dispersii de particule cu o dispersie conținând materiale cu proprietăți magnetice. Polimerizarea are loc chiar în prezența particulelor magnetice, ceea ce poate duce la o distribuție neuniformă a particulelor magnetice și, totodată, conversia în procesul de polimerizare poate fi diminuată de prezența particulelor magnetice. În plus, procedura este mai complicată, dată fiind utilizarea de emulgator.

În invenția **US1993/5232782** se descrie obținerea de materiale hibride de tip miez-coajă cu proprietăți magnetice. Astfel, miezul este reprezentat de materialul anorganic cu proprietăți magnetice, în vreme ce învelișul (coaja) este reprezentat(ă) de un organopolisiloxan. Utilizarea organopolisiloxanilor în calitate de matrice polimeră limitează domeniul de utilizare a materialelor dezvoltate la aplicații biotehnologice.

În invenția **US 1994/5318797** se descrie obținerea unui material hibrid cu proprietăți magnetice. De această dată, însă, miezul este reprezentat de polimer, iar învelișul (coaja) este un compus metalic. Metoda implică încălzirea particulelor sferice de polimer, acoperite cu metal, la 150 °C sau mai mult, în atmosferă de oxigen. Lucrul la temperatură ridicată este un factor care complică procesul tehnologic și limitează aplicabilitatea procedurii. Mai mult decât atât, prin încălzire poate avea loc degajare de compuși volatili, poluanți pentru mediul înconjurător, ceea ce crează și implicații de natură ecologică. Totodată, lucrul în atmosferă de oxigen implică condiții speciale.

În invenția **US 1995/5395688** se descrie obținerea de particule polimerice fluorescente, cu structură miez- coajă, sensibile la acțiunea câmpului magnetic. În acest scop, se folosesc doi polimeri. Primul polimer reprezintă miezul, în vreme ce al doilea polimer este folosit în calitate de înveliș (coajă), după ce au fost înglobate particulele magnetice în acesta. Deși se folosesc doi polimeri și particule magnetice, omogenizarea particulelor se realizează doar cu al doilea polimer, nu și cu primul, ceea ce nu permite asigurarea unei distribuții omogene a particulelor

magnetice. Materialele obținute sunt interesante, având în vedere că prezintă fluorescență, însă această proprietate le limitează domeniul de utilizare la biomedicină și biochimie.

J. L. Wilson, P. Poddar, N. A. Frey, H. Srikanth, K. Mohamed, J. P. Harmon, S. Kotha, J. Wachsmuth, J. Applied Physics, 95, 2004, 1439- 1443, au obținut materiale compozite prin înglobarea de fier în poli(metil metacrilat). A fost folosită metoda amestecării în topitură, utilizând o perioadă de amestecare de 4 zile la 60 °C. Metoda prezintă trei dezavantaje importante: *i*) se folosește doar un singur polimer (PMMA), ceea ce limitează controlul porozității materialului compozit, având în vedere că utilizarea unui amestec de polimeri ar fi permis reglarea porozității prin schimbarea raportului componentelor; *ii*) se folosește metoda amestecării în topitură, care implică lucrul la temperaturi ridicate, ceea ce reprezintă un dezavantaj, în ciuda realizării unui amestec intim ; *iii*) procedura implică un timp de obținere relativ lung (4 zile).

J. Wouters, O. I. Lebedev, G. van Tendeloo, H. Moshchalkov, T. Verbiest, V. K. Valev, J. Applied Physics 109, 076105, 2011, au obținut filme polimerice dopate cu nanoparticule magnetice, prin procedeul 'spin-coating', urmat de prelucrare la cald. Metoda prezintă ca principal dezavantaj lucrul printr-un procedeu complicat, dată fiind necesitatea unei aparaturi speciale și costisitoare, precum și lucrul la temperatură ridicată.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor perle polimerice bicomponente cu conținut de particule magnetice cu potențiale utilizări atât în biotehnologie, cât și în tratări de ape, preparate dintr-un amestec format din doi polimeri (acrilonitril-co- acid metacrilic și alcool polivinilic) și pulbere de magnetită, obținute prin coagulare în picătură, realizându-se un proces de inversie de fază, utilizând o baie de coagulare formată dintr-un amestec apă- alcool izopropilic, ambii nesolvenți pentru copolimerul acrilic, dar unul solvent pentru alcoolul polivinilic, creându-se astfel premisele controlului porozității materialelor dezvoltate (din raportul celor doi polimeri), precum și al ajustării proprietăților magnetice (din cantitatea de magnetită).

Perlele polimerice cu conținut de particule magnetice dezvoltate conform invenției, înlătură dezavantajele materialelor polimerice magnetice prezentate anterior, **prin aceea că** sunt formate dintr-o fază organică reprezentată de un amestec polimeric constând din 20..40 % alcool polivinilic (APV), cu grad de polimerizare 1000...1500 și grad de hidroliză peste 98 % și 60...80 % copolimer acrilic, cu 75...90 % acrilonitril și restul acid metacrilic (AN-AMA), și o fază anorganică reprezentată de un conținut de 4...8 % pulbere de magnetită, relativ la amestecul de polimeri, toate procentele fiind exprimate gravimetric, iar procedeul de obținere al acestora porneste de la o soluție cu concentrația totală de polimer de 6-10 % în dimetilsulfoxid (DMSO), dizolvarea polimerilor având loc la o temperatură de 80...95 °C, timp de 2...4 ore, în soluția polimerică astfel obținută se introduce un conținut de magnetită de 4... 8 %, gravimetric, raportat la amestecul de polimeri și se realizează o distribuție omogenă a acesteia, amestecul astfel obținut se transformă cu ajutorul unei seringi, în picături care cad într- o baie de coagulare, formată dintr-un amestec de 40..60 % volumetric alcool izopropilic și restul apă distilată, procesul de coagulare durând 18...24 de ore, la temperatura ambientală de 20-30 °C, perlele obținute fiind păstrate până la utilizare în amestecul în care au fost preparate pentru a nu suferi modificări de porozitate, iar atât porozitatea, cât și proprietățile magnetice sunt reglabile prin modificarea raportului între copolimerul AN-AMA și APV, a compoziției băii de coagulare sau a conținutului de magnetită.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- Materialele hibride dezvoltate prin încorporarea de particule magnetice în perle polimerice presupun utilizarea de reactivi chimici relativ ieftini, fiind utilizați monomeri și polimeri ușor accesibili;
- Pentru păstrarea perlelor nu se folosesc agenți de acoperire costisitori, ci doar amestecul de baie de coagulare în care au fost preparate;
- Copolimerul acrilic formează cu alcoolul polivinilic un amestec cu un grad ridicat de omogenitate și astfel nu se produc fenomene de blocare a porilor cu alcool polivinilic;
- Există o hidrofilie mărită a materialelor datorită prezenței alcoolului polivinilic, proprietate importantă, în special pentru aplicații în biotehnologie;
- Există posibilitatea de a genera noi grupări funcționale pe suprafața perlelor prin reacționarea grupărilor hidroxil (din alcoolul polivinilic) cu un compus mic-molecular corespunzător;
- Obținerea perlelor cu conținut de particule magnetice se realizează simplu, fără necesitatea unei aparaturi speciale (spin-coating sau altele asemenea);
- Formarea perlelor, prin inversie de fază, are loc în condiții ambientale, fără a implica lucrul la temperaturi ridicate și fără degajare de compuși volatili;
- Porozitatea perlelor poate fi ușor controlată modificând fie raportul polimerilor (întrucât se utilizează un amestec de polimeri, nu un singur polimer), fie conținutul de magnetită, fie raportul solvenților în baia de coagulare (întrucât se folosește un amestec de solvenți, nu un singur solvent), ceea ce este benefic pentru utilizarea materialelor dezvoltate în tratări de ape sau biotehnologie;
- Devin posibile utilizările repetate, particulele magnetice putând fi separate, utilizând un magnet, de impuritățile acumulate în urma epurării și ulterior, spălate și regenerate;
- Perlele dezvoltate prezintă un domeniu larg de utilizări, care nu este limitat nici la aplicații electrochimice (cazul utilizării de electroliți), nici la aplicații biomedicale (cazul utilizării dextranului);
- Se asigură o distribuție uniformă a particulelor magnetice în perle, întrucât particulele magnetice sunt încorporate prin amestecare în soluție, nu prin absorbție, iar amestecarea are loc cu ambii polimeri, simultan;
- Prin modificarea raportului între acrilonitril și acidul metacrilic în amestecul supus copolimerizării se poate realiza controlul morfologiei perlelor dezvoltate, cu consecințe asupra biocompatibilității acestora;
- Proprietățile magnetice finale pot fi reglate modificând conținutul de magnetită.

Se dau câteva exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1: Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se pornește încălzirea și în momentul când solventul ajunge la 80°C, se începe dizolvarea APV-ului (alcool polivinilic, care este polimerul mai ușor solubil, cu grad de polimerizare 1000 și cu grad de hidroliză 98,0 %) sub agitare magnetică. După dizolvarea completă a APV-ului (0,294 g), se începe dizolvarea a 1,176 g copolimer acrilic (acrilonitril-acid metacrilic, notat mai departe AN-AMA), preparat pornind de la un amestec inițial 75 % AN- 25 % AMA, procente masice. Concentrația polimerilor în DMSO este, în acest caz, 6 %, iar raportul copolimer acrilic/APV este de 80/20. După dizolvarea completă a polimerilor se adaugă magnetita (0,059 g, reprezentând 4 % față de cantitatea totală de polimeri) și soluția se omogenizează prin

amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare sa fie de 2 ore. Obținerea propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetită presupune picurarea soluției polimerice cu conținut de particule magnetice cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 40 % alcool izopropilic- 60 % apă, aflată la temperatura de 20 °C. Coagularea se desăvârșește timp de 18 ore prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se pastrează în baia de coagulare până la utilizare.

Exemplul 2: Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se pornește încălzirea și în momentul când solventul ajunge la 95 °C, se începe dizolvarea APV-ului cu grad de polimerizare 1500 și cu grad de hidroliză 99,8 %) sub agitare magnetică. După dizolvarea completă a APV-ului (1,024 g), se începe dizolvarea a 1,536 g copolimer AN-AMA, preparat pornind de la un amestec inițial 90 % AN- 10 % AMA, procente masice. Concentrația polimerilor în DMSO este, în acest caz, 10 % iar raportul copolimer acrilic/APV este de 60/40. După dizolvarea completă a polimerilor se adaugă magnetita (0,205 g, reprezentând 8 % față de cantitatea totală de polimeri) și soluția se omogenizează prin amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare sa fie de 4 ore. Obținerea propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetită presupune picurarea soluției polimerice cu conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 50 % alcool izopropilic- 50 % apă, aflată la temperatura de 30 °C. Coagularea se desăvârșește timp de 24 ore prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se pastrează în baia de coagulare până la utilizare.

Exemplul 3: Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se pornește încălzirea și în momentul când solventul ajunge la 90 °C, se începe dizolvarea APV-ului cu grad de polimerizare 1287 și cu grad de hidroliză 99,3 %, sub agitare magnetică. După dizolvarea completă a APV-ului (1,211 g), se începe dizolvarea a 0,519 g copolimer AN-AMA, preparat pornind de la un amestec inițial 80 % AN- 20 % AMA, procente masice. Concentrația polimerilor în DMSO este, în acest caz, 7 % iar raportul copolimer acrilic/APV este de 70/30. După dizolvarea completă a polimerilor se adaugă magnetita (0,087 g, reprezentând 5 % față de cantitatea totală de polimeri) și soluția se omogenizează prin amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare sa fie de 3 ore. Obținerea propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetită presupune picurarea soluției polimerice cu conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 60 % alcool izopropilic- 40 % apă, aflată la temperatura de 25 °C. Coagularea se desăvârșește timp de 20 ore prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se pastrează în baia de coagulare până la utilizare.

Exemplul 4: Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se pornește încălzirea și în momentul când solventul ajunge la 85 °C, se începe dizolvarea APV-ului cu grad de polimerizare 1374 și cu grad de hidroliză 98,8 %, sub agitare magnetică. După dizolvarea completă a APV-ului (1,500 g), se începe dizolvarea a 0,500 g copolimer AN-AMA, preparat pornind de la un amestec inițial 85 % AN- 15 % AMA, procente masice. Concentrația polimerilor în DMSO este, în acest caz, 8 % iar raportul copolimer acrilic/APV este de 75/25. După dizolvarea completă a polimerilor se adaugă magnetita (0,110 g, reprezentând 8 % față de cantitatea totală de polimeri) și soluția se omogenizează prin amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare sa fie de 4 ore. Obținerea propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetită presupune picurarea soluției polimerice cu conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 55 % alcool izopropilic- 45 %

apă, aflată la temperatura de 22 °C. Coagularea se desăvârșește timp de 22 ore prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se pastrează în baia de coagulare până la utilizare.

Exemplul 5: Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se pornește încălzirea și în momentul când solventul ajunge la 95 °C, se începe dizolvarea APV-ului cu grad de polimerizare 1126 și cu grad de hidroliză 98,6 % sub agitare magnetică. După dizolvarea completă a APV-ului (1,476 g), se începe dizolvarea a 0,794 g copolimer AN-AMA, preparat pornind de la un amestec inițial 90 % AN- 10 % AMA, procente masice. Concentrația polimerilor în DMSO este, în acest caz, 9 % iar raportul copolimer acrilic/APV este de 65/35. După dizolvarea completă a polimerilor se adaugă magnetita (0,159 g, reprezentând 8 % față de cantitatea totală de polimeri) și soluția se omogenizează prin amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare să fie de 2,5 ore. Obținerea propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetită presupune picurarea soluției polimerice cu conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată dintr-un amestec de 45 % alcool izopropilic- 55 % apă, aflată la temperatura de 28 °C. Coagularea se desăvârșește timp de 22 ore prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se pastrează în baia de coagulare până la utilizare.

**PERLE POLIMERICE CU CONȚINUT DE PARTICULE MAGNETICE ȘI
PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTORA**

REVEDICĂRI :

1. Perle polimerice cu conținut de particule magnetice, materiale hibride organic-anorganice, **caracterizate prin aceea că** faza organică este reprezentată de un amestec constituit 20..40 % alcool polivinilic (APV) și 60...80 % copolimer acrilic, cu 75...90 % acrilonitril și restul acid metacrilic (AN-AMA), iar faza anorganică este reprezentată de un conținut de 4...8 % pulbere de magnetită relativ la amestecul de polimeri.
2. Procedul de obținere a perlelor polimerice cu conținut de nanoparticule magnetice, definite în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** se porneste de la o soluție cu concentrația totală de polimer de 6-10 % în dimetilsulfoxid (DMSO), dizolvarea polimerilor având loc la o temperatură de 80...95 °C, timp de 2...4 ore, în soluția polimerică astfel obținută se introduce un conținut de magnetită de 4... 8 %, gravimetric, raportat la amestecul de polimeri și se realizează o distribuție omogenă a acesteia, amestecul astfel obținut se transformă cu ajutorul unei seringi, în picături care cad într-o baie de coagulare, formată dintr-un amestec de 40..60 % volumetric alcool izoprilic și restul apă distilată, procesul de coagulare durând 18...24 de ore, la temperatura ambientală de 20-30 °C, perlele obținute fiind păstrate până la utilizare în amestecul în care au fost preparate în recipiente pentru a nu suferi modificări de porozitate.
3. Perle polimerice cu conținut de particule magnetice, conform revendicării 1, **caracterizate prin aceea că** atar porozitatea, cât și proprietățile magnetice sunt reglabile prin modificarea raportului între copolimerul AN-AMA și APV, a compoziției băii de coagulare sau a conținutului de magnetită.