



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

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

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

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2023** BOPI nr. **8/2023**

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

(73) Titular:  
• **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.3, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **ARSENE MELANIA LILIANA, STR. COZIA  
NR. 8, BL. A7, SC. 4, AP. 49, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**T. IVANOV Ș.A., "MAGNETIC  
POLY-(ACRYLONITRIL- CO-  
ACRYLAMIDE) MICROPARTICLES FOR  
IMMOBILIZATION OF TRYPSIN",  
INTERNATIONAL REVIEW OF CHEMICAL  
ENGINEERING, No.4, VOL. 1, 2009;**  
**TEODOR SANDU Ș.A., "PREPARATION  
AND CHARACTERIZATION OF  
MEMBRANES OBTAINED FROM BLENDS  
OF ACRYLONITRILE COPOLYMERS WITH  
POLY(VINYL ACHOL), J. APPL. POLYM.  
SCI., 2014**

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



# RO 134595 B1

1 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  
3 acestora.

Prin încorporarea de particule cu proprietăți magnetice în perlele polimerice se obțin  
5 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).  
7 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  
9 ce polimerul (sau amestecul de polimeri), care îmbracă pulberea magnetică și care repre-  
zintă faza organică, joacă rolul de coajă. Utilizările materialelor compozite de acest tip, în  
11 diferite ramuri ale cercetării și industriei, sunt larg studiate și includ: realizarea de teste  
imunologice, precum și aplicații biologice/medicale prin co-precipitarea metalelor tranzițio-  
13 nale, utilizând polimeri capabili pentru îndeplinirea funcției de coordinație.

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

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

27 În invenția **EP 2013/2804186 A1** se descrie un procedeu de obținere de nano-  
particule magnetice utilizând magnetită, acoperită cu un strat de protecție (acid oleic, acid  
29 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  
31 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.  
33 Totodată, procedeul 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  
35 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.

37 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),  
39 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  
41 primă fază a sărurilor are ca rezultat complicarea procedurii. Din acest motiv, randamentul  
în produs util final scade.

43 În invenția **US 2010/7754278** se prezintă informații referitoare la dezvoltarea de  
compozite polimerice cu conținut de particule magnetice, utilizând fie polistirenul homo-  
45 polimer, fie copolimeri ai acestuia. Au fost realizate două variante experimentale, după cum  
urmează: miez magnetic înconjurat de înveliș polimeric; material magnetic dispersat uniform  
47 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,

# RO 134595 B1

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. 1 3

În invenția **US 2009/0092837 A1** 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 hidrofil 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. 5 7 9 11

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. Procedeu 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. 13 15 17 19 21

În invenția **US 1993/5232782** 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. 23 25

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. 27 29 31 33

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. 35 37 39 41 43

**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 deza 45 47

1        vantaje importante: i) se folosește doar un singur polimer (PMMA), ceea ce limitează  
2        controlul porozității materialului compozit, având în vedere că utilizarea unui amestec de  
3        polimeri ar fi permis reglarea porozității prin schimbarea raportului componentelor; ii) se  
4        folosește metoda amestecării în topitură, care implică lucrul la temperaturi ridicate, ceea ce  
5        reprezintă un dezavantaj, în ciuda realizării unui amestec intim; iii) procedura implică un timp  
6        de obținere relativ lung (4 zile).

7        **J. Wouters, O. I. Lebedev, G. van Tendeloo, H. Moshchalkov, T. Verbiest, V. K.**  
8        **Valev, J. Applied Physics 109, 076105, 2011**, au obținut filme polimerice dopate cu  
9        nanoparticule magnetice, prin procedeul 'spin-coating', urmat de prelucrare la cald. Metoda  
10        prezintă ca principal dezavantaj lucrul printr-un procedeu complicat, dată fiind necesitatea  
11        unei aparaturi speciale și costisitoare, precum și lucrul la temperatură ridicată. T. Ivanov ș.a.,  
12        în **Magnetic Poly-(Acrylonitril-Co-Acrylamide)Microparticles for immobilization of**  
13        **Trypsin, International Review of Chemical Engineering, Vol.1., N.4, July 2009**, dezvăluie  
14        obținerea de perle polimerice bine definite utilizând poli(acrilonitril-co-acrilamidă) și magnetită  
15        pentru a imobiliza o enzimă prin legare covalentă, iar Teodor Sandu ș.a., în **Preparation and**  
16        **Characterization of Membranes Obtained from Blends of Acrylonitrile Copolymers with**  
17        **Poly(vinyl alcohol), J. APPL. POLYM. SCI.2014**, prezintă obținerea unei membrane  
18        ultrafiltrante utilizând copolimeri acrilonitril-acetat de vinil în amestec cu alcoolul polivinilic.  
19        Amestecul a fost obținut în dimetilsulfoxid prin inversie de fază.

20        Problema tehnică pe care o rezolvă invenția, constă în obținerea unor perle polime-  
21        rice cu porozitate controlată și cu distribuție uniformă a particulelor magnetice.

22        Perlele polimerice cu conținut de particule magnetice, materiale hibride organic anor-  
23        ganice conform invenției, sunt constituite dintr-o fază organică formată din 20...40% alcool  
24        polivinilic și 60...80% copolimer acrilic cu 75...90% acrilonitril și restul acid metacrilic, și o  
25        fază anorganică formată din 4...8% pulbere magnetică, procentele fiind exprimate în greutate.

26        Procedeul de obținere a perlelor polimerice cu conținut de particule magnetice  
27        conform invenției, constă în dizolvarea alcoolului polivinilic și apoi a acrilonitrilului-acid meta-  
28        crilic în dimetilsulfoxid, la o temperatură de 80...95°C, timp de 2...4 h, pentru obținerea unei  
29        soluții cu o concentrație de 6...10% în care se introduce sub amestecare 4...8% magnetită,  
30        raportat la amestecul de polimeri, apoi, amestecul obținut, se adaugă prin picurare, într-o  
31        baie de coagulare care conține o soluție apoasă de 40...60% volumetric alcool izoprilic,  
32        procesul de coagulare durând 18...24 h, la o temperatură ambientală de 20...30°C.

33        Invenția prezintă următoarele avantaje:

34        - materialele hibride dezvoltate prin încorporarea de particule magnetice în perle  
35        polimerice presupun utilizarea de reactivi chimici relativ ieftini, fiind utilizați monomeri și  
36        polimeri ușor accesibili;

37        - pentru păstrarea perlelor nu se folosesc agenți de acoperire costisitori, ci doar  
38        amestecul de baie de coagulare în care au fost preparate;

39        - copolimerul acrilic formează cu alcoolul polivinilic un amestec cu un grad ridicat de  
40        omogenitate și astfel nu se produc fenomene de blocare a porilor cu alcool polivinilic;

41        - există o hidrofilie mărită a materialelor datorită prezenței alcoolului polivinilic,  
42        proprietate importantă, în special pentru aplicații în biotehnologie;

43        - există posibilitatea de a genera noi grupări funcționale pe suprafața perlelor prin  
44        reacționarea grupărilor hidroxil (din alcoolul polivinilic) cu un compus mic-molecular  
45        corespunzător;

46        - obținerea perlelor cu conținut de particule magnetice se realizează simplu, fără  
47        necesitatea unei aparaturi speciale (spin-coating sau altele asemenea);

# RO 134595 B1

- formarea perlelor, prin inversie de fază, are loc în condiții ambientale, fără a implica lucrul la temperaturi ridicate și fără degajare de compuși volatili;	1
- 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 baie 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;	3 5 7
- devin posibile utilizările repetate, particulele magnetice putând fi separate, utilizând un magnet, de impuritățile acumulate în urma epurării și ulterior, spălate și regenerare;	9
- 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);	11
- 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;	13 15
- prin modificarea raportului între acrilonitril și acidul metacrilic în amestecul supus copolimerizării se poate realiza controlul morfologiei perlelor dezvoltate, cu consecințe asupra biocompatibilității acestora;	17
- proprietățile magnetice finale pot fi reglate modificând conținutul de magnetită.	19
Învenția 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).	21 23 25 27
Se dau câteva exemple de realizare a invenției.	29
<b>Exemplul 1</b>	
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 magnetită (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 să fie de 2 h. 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 h prin menținerea în baie de coagulare. Apoi, perlele obținute se păstrează în baie de coagulare până la utilizare.	31 33 35 37 39 41 43 45
<b>Exemplul 2</b>	
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.	47 49

# RO 134595 B1

1 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.  
3 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,  
5 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 h. Obținerea  
7 propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetita presupune picurarea soluției polimerice cu  
conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată  
9 dintr-un amestec de 50% alcool izopropilic- 50% apă, aflată la temperatura de 30°C.  
Coagularea se desăvârșește timp de 24 h prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele  
11 obținute se păstrează în baia de coagulare până la utilizare.

## Exemplul 3

13 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-  
15 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-  
17 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  
19 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  
21 amestecare, astfel încât timpul total de dizolvare și amestecare sa fie de 3 h. Obținerea  
propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetita presupune picurarea soluției polimerice cu  
23 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.  
25 Coagularea se desăvârșește timp de 20 h prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele  
obținute se păstrează în baia de coagulare până la utilizare.

## Exemplul 4

27 Într-un pahar Erlenmayer de 250 mL, se introduc 21 mL DMSO (dimetilsulfoxid). Se  
29 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  
31 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.  
33 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,  
35 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 h. Obținerea  
37 propriu-zisă a perlelor cu conținut de magnetita presupune picurarea soluției polimerice cu  
conținut de particule magnetice, cu ajutorul unei seringi, într-o baie de coagulare formată  
39 dintr-un amestec de 55% alcool izopropilic- 45% apă, aflată la temperatura de 22°C.  
Coagularea se desăvârșește timp de 22 h prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele  
41 obținute se păstrează în baia de coagulare până la utilizare.

## Exemplul 5

43 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-  
45 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-  
47 AMA, preparat pornind de la un amestec inițial 90% AN- 10% AMA, procente masice.

## RO 134595 B1

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 magnetită (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 h. 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 h prin menținerea în baia de coagulare. Apoi, perlele obținute se păstrează în baia de coagulare până la utilizare.

# RO 134595 B1

## Revendicări

1

3

5

7

1. Perle polimerice cu conținut de particule magnetice, materiale hibride organic anorganice, **caracterizate prin aceea că**, sunt constituite dintr-o fază organică formată din 20...40% alcool polivinilic și 60...80% copolimer acrilic cu 75...90% acrilonitril și restul acid metacrilic, și o fază anorganică format din 4...8% pulbere magnetică, procentele fiind exprimate în greutate.

9

11

13

15

2. Procedeu de obținere a perlelor polimerice cu conținut de particule magnetice, definite în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că**, constă în dizolvarea alcoolului polivinilic și apoi a acrilonitrilului-acid metacrilic în dimetilsulfoxid, la o temperatură de 80...95°C, timp de 2...4 h, pentru obținerea unei soluții cu o concentrație de 6...10% în care se introduce sub amestecare 4...8% magnetită, raportat la amestecul de polimeri, apoi, amestecul obținut, se adaugă prin picurare, într-o baie de coagulare care conține o soluție apoasă de 40...60% volumetric alcool izoprilic, procesul de coagulare durând 18...24 h, la o temperatură ambientală de 20...30°C.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 333/2023