



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2019 00875**

(22) Data de depozit: **09/12/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2021 BOPI nr. **6/2021**

(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**

(54) **COMPOZIT TEXTIL FUNCȚIONALIZAT PRIN DEPUNERI
POLIMERICE ELECTROCONDUCTIVE PENTRU SENZORI
FLEXIBILI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un compozit textil din trei straturi cu proprietăți conductive și la un procedeu de realizare al acestuia, compozitul fiind destinat realizării senzorilor flexibili pentru sisteme de monitorizare și ecrane pentru atenuarea undelor electromagnetice. Compozitul conform invenției are trei straturi componente:

a) primul strat este o țesătură realizată din fire filate din 100% bumbac, dublate și răsucite,

b) al doilea strat este o peliculă din pastă polimerică pe bază de microparticule metalice de Ni care conține 77...80% alcool polivinilic de concentrație 99%, 20...23% microparticule de Ni cu dimensiuni mai mici de 50 μm și

c) al treilea strat este o peliculă pe bază de filamente ESD. Procedeu conform invenției constă în obținerea pastei polimerice de acoperire prin amestecarea, cu ajutorul unui agitator mecanic, timp de 3...5

minute, a microparticulelor de Ni cu o soluție de alcool polivinilic pe bază de apă distilată, agitată magnetic timp de 30...60 minute, la o temperatură cuprinsă între 80...90°C, urmată de depunerea pe prima față a țesăturii, prin procedeu de raclare, a unei pelicule de pastă polimerică, urmată de reticulare timp de 2...4 minute la o temperatură de 140...160°C, iar pe cealaltă față a țesăturii se depune prin printare digitală 3D o a doua peliculă pe bază de filamente ESD.

Revendicări: 6

Figuri: 3



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	a 2019 0875
Data depozit	09-12-2019

DESCRIEREA

Compozit textil funcționalizat prin depuneri polimerice electroconductive pentru senzori flexibili

Invenția se referă la un procedeu de realizare a unui material compozit conductiv destinat realizării senzorilor flexibili pentru sisteme de monitorizare sau ecranelor pentru atenuare electromagnetică. Materialul compozit este obținut pe baza a 2 pelicule polimerice B (pe bază de microparticule de Ni) și C (pe bază de filamente ESD) care sunt depuse pe fețele a unei țesături din bumbac 100% prin procedeul peliculizării prin raclare, respectiv prin procedeul printării digitale 3D. Astfel, pe fața 1 a țesăturii se depune prin raclare o pastă polimerică B conținând un produs polimeric aderent peliculogen (alcool polivinilic) și microparticule de nichel cu dimensiuni mai mici de 50 μm, urmată de reticulare la temperatura de 140...160 °C, ulterior pregătirii constând în fierbere-albire și clătiri successive. Pe fața 2 a țesăturii se depune prin printare 3D la 240° C o peliculă polimerică pe bază de filament ESD.

La nivel mondial există brevetele **US20020129864A1**, **EP2030491A2**, **CZ29660U1**, **CN108291334A**, **US20160258110A1** care prezintă invenții de material composite pe bază de fibre, fire și țesături conductive utilizate pentru obținerea produselor cu proprietăți conductive și antistatice. În cererile de brevet **WO2015022671A1** și **US10119208B2** se prezintă o metodă de optimizare a rezistenței de contact prin ajustarea parametrilor fizici, chimici și/sau mecanici în concordanță cu parametrii predictibili pentru utilizare în circuite electronice textile și textile inteligente. În cererea de brevet **WO2015138298A1** se prezintă un material conductiv realizat din substraturi organice pe bază de particule conductive, polimeri conductivi și fibre conductive. Din literatura științifică (**Amarasekera, J., 2005**) se cunoaște că prin intermediul printării 3D pe bază de filament compozite cu nanotuburi de carbon se pot obține suprafețe care conferă produsului obținut proprietăți de protecție împotriva descărcărilor electrice (ESD).

Suportul textil este o țesătură din fire filate din 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 și 715 torsiuni/m și răsucirea între 386 și 420 torsiuni/m, masa pe unitatea de suprafață a țesăturii fiind cuprinsă între 440 și 456 g/m².

Procedeul de realizare a materialului compozit, conform invenției, se compune din operațiile de pregătire a suportului țesut constând în curățare alcalină și albire, operația de



depunere a pastei polimerice electroconductive B prin procedeul peliculizării prin raclare directă pe țesătura A și operația de reticulare la temperatură de 100...120 °C, respectiv din operația depunere a peliculei ESD prin printare digitală 3D pe bază de filament ESD.

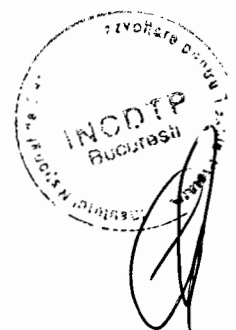
Operația de pregătire a țesăturii prin procedeul de epuizare, se realizează la un raport de flotă de 1:5...1:10, constând în curățare alcalină cu o soluție care conține 8...10 g/L hidroxid de sodiu 50%, 2...4 g/L carbonat de sodiu, 1...2 g/L agent tensioactiv de udare – spălare neionic, la temperatura 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 (B), conținând substanțe polimere peliculogene (de exemplu: alcool polivinilic), micro particule de nichel, respectiv pasta polimerică pe bază de filamente 3D ESD (C) să adere mai bine, în strat continuu și uniform la suprafața țesăturii și care să asigure un nivel al rezistenței de suprafață cuprinse între $10^2...10^3 \Omega$ pe fața 1, respectiv de $10^6 - 10^{10}$ pe fața pe care s-a depus pelicula ESD.

Operația de realizare a materialului compozit constă în:

- depunerea pastei polimerice electroconductive pe bază de microparticule metalice de nichel (B), cu dimensiuni mai mici de 50 μm și alcool polivinilic (PVA) prin procedeul raclării pe fața 1 a țesăturii A, urmată de reticulare controlată utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la o temperatură de 140...160 °C, timp de 2...4 minute.
- depunerea pastei polimerice pe bază de filamente ESD (C) pe fața 2 a țesăturii A prin printare 3D la 240° C.

Obținerea peliculei electroconductive din pasta polimerică B cu conținut de microparticule de nichel (figura 1), deci formarea structurii tridimensionale pe fibra textilă, se realizează prin reticulare la temperaturi de 140...160 °C, timp de 2...4 minute, prin convecție, de preferință utilizând un sistem de încălzire cu aer cald pe bază de rezistențe electrice.



Obținerea peliculei electroconductive din filamente 3D ESD (C) se realizează prin printare digitală 3D la temperatura de 240 °C (figura 2 și 3).

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- prin procedeele de peliculizare prin raclare directă și printare digitală 3D utilizate se pot obține electrozi flexibili de suprafață sau ecrane pentru atenuare electromagnetică;
- datorită reticulării termice, suprafața electroconductivă realizată se fixează pe țesătură și permite obținerea de electrozi textili cu rezistența de suprafață având valori cuprinse între $1 \times 10^3 \dots 1.1 \times 10^3 \Omega$.
- datorită peliculei polimerice pe bază de alcool polivinilic cu conținut de microparticule de nichel (Ni), suprafața textilă devine electroconductivă după reticularea la temperatura de 140...160 °C timp de 2..4 minute.
- datorită dopării cu microparticule de nichel cu dimensiuni $< 50 \mu\text{m}$, materialul compozit poate fi utilizat la realizarea unor electrozi de suprafață sau a unor ecrane pentru atenuare electromagnetică.
- datorită peliculei polimerice B pe bază de Ni cu rezistența electrică de suprafață între $1 \times 10^3 - 1,1 \times 10^3 \Omega$ depusă prin raclare pe fața 1 a țesăturii A și a peliculei polimerice depuse prin printare digitală 3D pe bază de filamente ESD cu rezistența electrică de suprafață între $10^6 \dots 10^{10} \Omega$, se obține un compozit cu 2 fețe, prima conductivă și a doua rezistentă la descărcările electrostatice (ESD).

Caracterul de noutate al invenției constă în aceea că, pelicula polimerică obținută în principal din alcool polivinilic și microparticule de nichel este uniformă, hidrofilă, aderentă la suprafața țesăturii și reticulează la 140-160 °C după 2...4 minute, prezentând valori ale rezistenței electrice de suprafață reduse ($10^3 \Omega$), caracteristice conductorilor și semiconductorilor.

De asemenea, caracterul de noutate constă și în utilizarea pentru realizarea materialului compozit a tehnicii de printare digitală 3D pe bază de filamente ESD pe fața 1 și a peliculizării prin raclare directă pe suprafața țesăturii A, pe fața 2.



Bibliografie

1. Arthurs, T. and Fisher, W.K., IPG Technologies Inc and Solutia Inc, 2004. *Anti-static woven fabric and flexible bulk container*. U.S. Patent 6,675,838.
2. Christl Lauterbach, Axel Steinhage, Textile layer arrangement, textile layer array and method for producing a textile layer arrangement, FUTURE-SHAPE GMBH, European Patent 2030491A2.
3. František Jurek, Karel Vlach, Jan Kijonka, Capacitance electrode for sensing biopotentials, CzechPatent, CZ29660U1.
4. Realize the textile fabric of capacitive grid, China Patent, CN108291334A
5. Alamer, F.A.A., Umm al-Qura University, 2016. Method of making conductive cotton using organic conductive polymer. U.S. Patent Application 14/638,793.
6. Sotzing, G., Adamson, D., Woltornist, S. and Alamer, F., University of Connecticut, 2018. *Method of infusing fibrous substrate with conductive organic particles and conductive polymer; and conductive fibrous substrates prepared therefrom*. U.S. Patent Application 10/002,686.
7. Amarasekera, J., 2005. Conductive plastics for electrical and electronic applications. Reinforced plastics, 49(8), pp.38-41.
8. McMaster, S.A., FOOTFALLS and HEARTBEATS Ltd, 2016. Method for making electrically conductive textiles and textile sensor. U.S. Patent Application 14/912,351.
9. McMaster, S.A., FOOTFALLS and HEARTBEATS Ltd, 2018. *Method for making electrically conductive textiles and textile sensor*. U.S. Patent Application 10/119,208.



REVENDICĂRI

1. Compoziția pastei polimerice electroconductive B se **caracterizează prin aceea că** este obținută din 77...80 % alcool polivinilic de concentrație 99%, 20...23% microparticule de nichel cu dimensiuni mai mici de 50 μm .
2. Procedul de obținere a pastei polimerice electroconductive B, cu conținut de microparticule metalice (nichel) **conform revendicării 1**, constă în aceea că pasta este obținută prin amestecarea cu ajutorul unui agitator mecanic timp de 3...5 minute a următoarelor componente: microparticule de nichel, soluție de alcool polivinilic pe bază de apă distilată, amestecată magnetic timp de 30...60 minute la temperatura de 80...90° C.
3. Compozitul textil funcționalizat prin depuneri polimerice electroconductive cu proprietăți conductive și antistatice se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin aplicarea pastei polimerice electroconductive B pe fața 1 a țesăturii A, având compoziția **conform revendicării 1** și fiind obținută **conform revendicării 2**, prin procedeul peliculizării prin raclare pe una din suprafețe și reticulare controlată, utilizând un sistem de încălzire pe bază de rezistențe electrice, la temperatura de 140...160 °C, timp de 2...4 minute, ulterior pregătirii constând în fierbere-albire, clătiri succesive.
4. Compoziția peliculei ESD (C) conține filamente 3D printate digital 3D la temperatura de 240 °C.
5. Compozitul textil funcționalizat prin depuneri polimerice electroconductive cu proprietăți conductive și antistatice se **caracterizează prin aceea că** este funcționalizat prin aplicarea pe fața 2 a țesăturii A a peliculei polimerice C **conform revendicării 4**.
6. Compozitul textil funcționalizat **conform revendicărilor 3 și 5**, prin depuneri de pelicule polimerice electroconductive cu proprietăți electroconductive, **conform revendicărilor 1, 2 și 3**, și prin depuneri de pelicule antistatice pe bază de filamente 3D ESD, **conform revendicărilor 4 și 5**, se **caracterizează prin aceea că** procedeul de funcționalizare conduc la obținerea unei suprafețe conductive având rezistența electrică de suprafață pe fața 1 între $1 \times 10^3 \dots 1,1 \times 10^3 \Omega$, respectiv de $10^6 - 10^{10} \Omega$ pe fața 2, fiind destinat realizării senzorilor textili flexibili și ecranelor pentru atenuare electromagnetă.



FIGURI

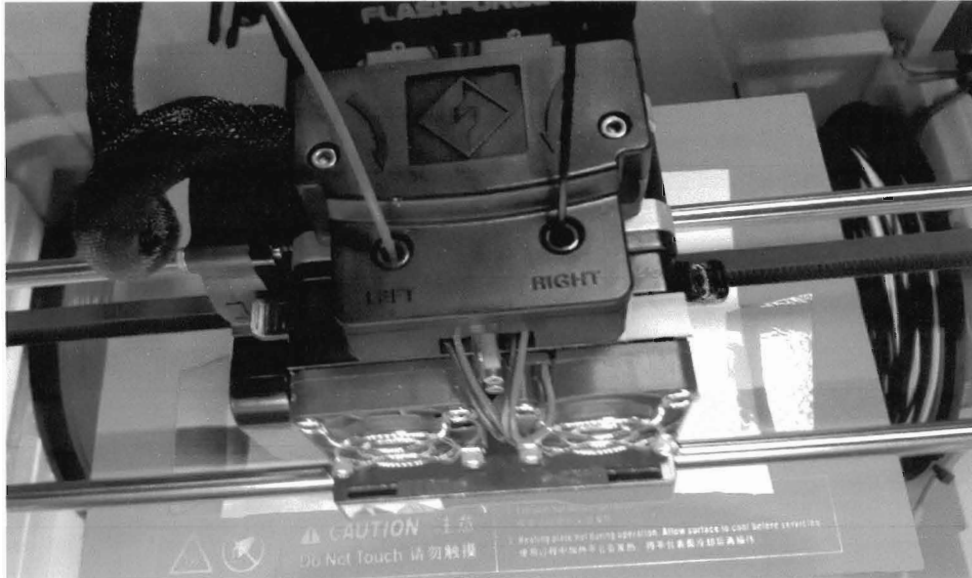


Figura 1. Funcționizarea suprafeței textile A prin printare digitală 3D cu filamente ESD

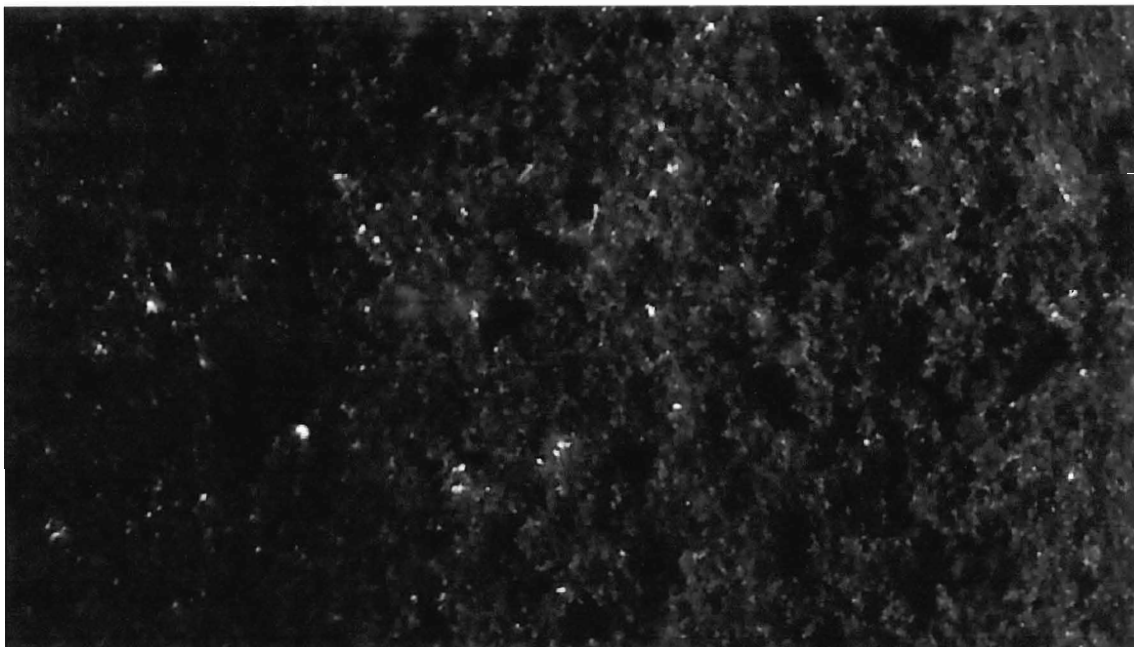


Figura 2. Fața 1- compozit funcționalizat prin depunere de pastă polimerică pe bază de nichel.
Analiza suprafeței prin microscopiei optică



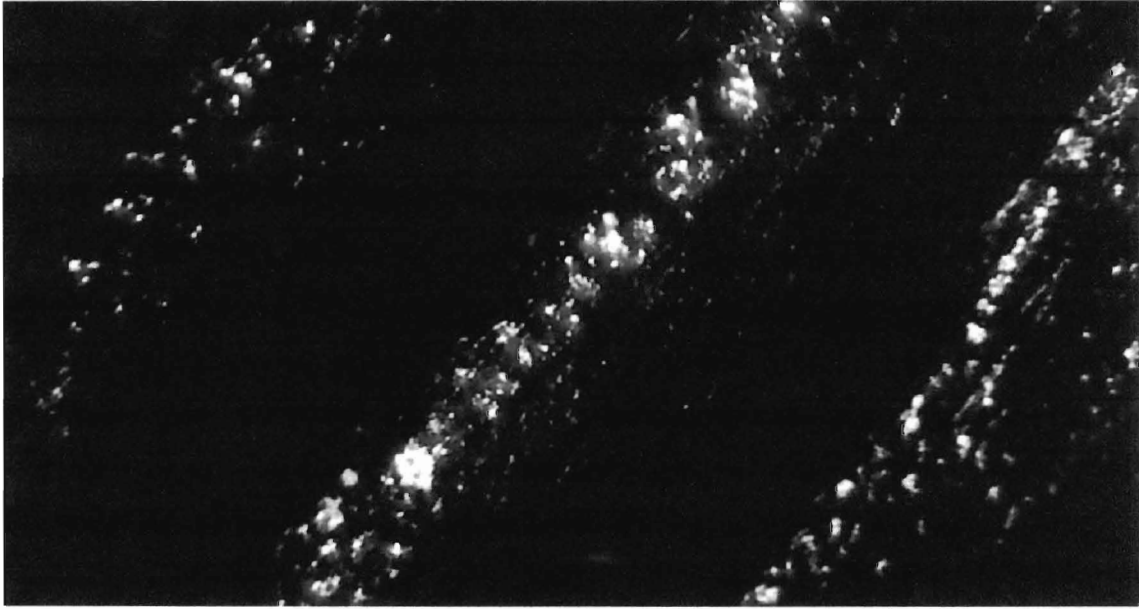


Figura 3. Fața 2 –compozit funcționalizat prin depunere de pelicula polimerică ESD 3D pe bază de filamente ESD. Analiza suprafeței prin microscopiei optică