



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2022 00645**

(22) Data de depozit: **18/10/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/04/2024 BOPI nr. **4/2024**

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

(72) Inventatori:
• **RADULY FLORENTINA MONICA,
ȘOS.MIHAI BRAVU NR.3, BL.3, SC.B,
ET.10, AP.78, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **RĂDIȚOIU VALENTIN,
STR.PETRE ANTONESCU NR.5, BL.T 3 C,
ET.3, AP.18, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **RĂDIȚOIU ALINA,
STR.PETRE ANTONESCU NR.5, BL.T 3 C,
ET.3, AP.18, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **PURCAR VIOLETA, STR.SECUIILOR,
NR.13, BL.19, SC.1, ET.4, AP.18,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BIVOLARU ANDREEA- MĂLINA, NR.484,
SAT BERGENI, COMUNA BERGENI, PH,
RO;**
• **RĂUT IULIANA, ALEEA BARAJUL
BISTRIȚA NR.12, BL.4, ET.4, AP.54,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **CONSTANTIN MARIANA,
ȘOS. COLENTINA, NR.19, BL.OD57, ET.10,
AP.34, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **PROCEDEU DE FUNCȚIONALIZARE A FIBRELOR TEXTILE
NATURALE CELULOZICE CU COMPOZIȚII
ANTIMICROBIENE CU NANOPARTICULE DE SELENIU**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de funcționalizare a fibrelor textile naturale celulozice cu compoziții antimicrobiene conținând nanoparticule de seleniu, țesăturile astfel finisate fiind utilizate pentru realizarea obiectelor de vestimentație sau de uz medical precum halate, cearceafuri sau bandaje. Procedeu conform invenției are următoarele etape:

a) etapa de imprimare care se realizează serigrafic cu compoziții antimicrobiene eco - friendly constituite din 1...40% material hibrid organic - anorganic obținut din extract apos - alcoolic de fitocompnenți care pot fi aleși dintre rizomurile sau semințele plantelor din familia Ginger galangal, ardei melegueta, myoga, korarima, turmeric sau cardamom, în care sunt generate nanoparticule de seleniu conținând urmă-

toarele cantități exprimate în procente masice: 0,1...5% seleniu, 5...90% liant polimeric natural ales dintre amidon de porumb, amidon de mazăre, amidon de cartofi, făină de roșcove, făină de orez, făină de linte, făină de soia, gelatină, alginat de sodiu sau dextrină, 5...10% solvent auxiliar, 0,1...40% mordant natural ales dintre ulei de sumac, ulei de aloe vera, ulei de tung, ulei de in, ulei de ricin, ulei de neem, ulei de santal sau ulei de cedru, și 5...70% apă,

b) etapa de uscarea se realizează la o temperatură cuprinsă între 25...30°C și

c) ultima etapă este de termofixare la o temperatură cuprinsă între 100...130°C.

Revendicări: 4

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).



**PROCEDEU DE FUNCȚIONALIZARE A FIBRELOR TEXTILE NATURALE
CELULOZICE CU COMPOZIȚII ANTIMICROBIENE CU NANOPARTICULE DE
SELENIU**
Descriere

Invenția se referă la un procedeu de funcționalizare a fibrelor textile naturale, cu compoziții eco-friendly cu activitate antimicrobiană, țesăturile astfel finisate fiind destinate realizării de obiecte de vestimentație sau de uz medical, precum halate, cearceafuri sau bandaje.

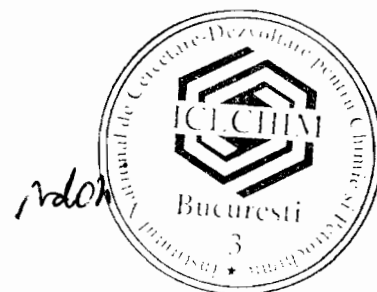
Sunt cunoscute procedee de obținere a unor țesături acoperite care au proprietăți antimicrobiene, constituite din compuși fenolici de sinteză (**US 0077747 A1**), compoziții cu bor (**US 0294905 A1**) sau iod complexat organic (**US 6780799 B2**) dispersate în materiale peliculogene. Alte procedee presupun varianta vopsirii substratului textil cu coloranți cationici (**US 0011012 A1**) cu efect antimicrobian.

Dezavantajul principal al unor astfel de procedee este legat de utilizarea limitată a acestor compoziții din cauza compușilor de sinteză care pot produce iritații la nivelul pielii, proceselor laborioase de aplicare în mai multe etape pe suportul textil, mari consumatoare de resurse precum și a problemelor de poluare a mediului din cauza apelor reziduale rezultate în urma proceselor de funcționalizare.

Tot pentru aplicarea pe suportul textil, sunt cunoscute de asemenea procedee care au la bază compoziții care conțin extracte naturale cu proprietăți antibacteriene (**US 0377467 A1**). Procedee de dată mai recentă implică utilizarea în același scop a unor acizi din rășini de conifere (**US 0234455 A1**), chitosan și ioni (**EP 3 812 506 A1**) sau nanoparticule (**WO 001702 A1**) de argint, pentru realizarea prin funcționalizare sau imprimare a materialelor textile antibacteriene.

Dezavantajele acestor procedee constau în obținerea unor finisări textile cu aderență scăzută a materialelor antimicrobiene, cu obținerea unei palete limitate de culori, majoritatea în tonuri de gri sau maro și cu costuri ridicate din cauza numeroaselor faze intermediare ale procesului de funcționalizare.

De asemenea sunt cunoscute procedee de biosinteză a nanoparticulelor de seleniu (**K. Pyrzynska, A. Sentkowska, 2022; M. Soumya et al. 2019**) cu aplicații bazate pe activitatea anti-tumorală, antiinflamatoare și antimicrobiană a acestora (**AU**



2015100839 A4, US 8445026 B2, WO 206459 A1) pentru care nu au fost revendicate compoziții de funcționalizare a țesăturilor textile.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în stabilirea componentelor și a rapoartelor de asociere ale acestora, precum și asocierea cu etapele de procedeu și condițiile de lucru, astfel încât să se obțină prin imprimare materiale textile colorate având proprietăți antimicrobiene.

Procedeul de funcționalizare conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin aceea că fibrele celulozice naturale se supun funcționalizării prin imprimare cu o compoziție antimicrobiană eco-friendly care conține 1-40% material hibrid organic-anorganic obținut din extract apos-alcoolic de fitocompnenți, în care sunt generate nanoparticule de seleniu, conținând 0,1-5% seleniu, 5-90% liant polimeric natural, 5-10% solvent auxiliar, 0,1-40% mordant natural și 5-70% apă, uscarea se realizează la temperatura de 25-30°C, iar termofixarea la 100-130°C.

Sursele vegetale pentru obținerea extractelor apoase sau alcoolice pot fi alese dintre rizomurile sau semințele plantelor din familia Ginger: ginger (*Zingiber*), galangal (*Alpinia galanga*), ardei melegueta (*Aframomum melegueta*), korarima (*Aframomum corrorima*), turmeric (*Curcuma*), cardamom (*Amomum, Elettaria*).

Liantul polimeric natural poate fi ales dintre: amidon de porumb, amidon de mazare, amidon de cartofi, făină de roscove, făină de orez, făină de linte, făină de soia, gelatină, alginat de sodiu, dextrină.

Mordantul natural poate fi ales dintre: ulei de sumac, ulei de aloe vera, ulei de tung, ulei de in, ulei de ricin, ulei de neem, ulei de santal, ulei de cedru.

Surse de seleniu pot fi alese dintre : H_2SeO_3 , H_2SeO_4 , $HNaSeO_3$, Na_2SeO_3 , Na_2SeO_4 .

Solventul auxiliar poate fi ales dintre: etanol, 2-propanol, etilenglicol, propilenglicol, glicerină, etc.

Procedeul conform invenției este simplu, economic și reproductibil calitativ, prietenos cu mediul și cu omul datorită componentelor naturale utilizate și permite funcționalizarea prin imprimare pe o singură față sau pe ambele fețe ale unei țesături textile naturale celulozice, cu o compoziție ce conține un liant polimeric de origine naturală, un hibrid organic-anorganic dintr-un extract natural de fitocompnenți obținut

din plante ale familiei Ginger și nanoparticule de seleniu generate in situ, astfel încât să se obțină acoperiri cu o gamă largă de culori și proprietăți antimicrobiene.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- țesăturile imprimate obținute sunt prietenoase cu corpul uman, datorită materialelor naturale utilizate și pot fi utilizate pentru domeniul medical și pentru obiecte de vestimentație care vizează copiii și persoanele cu pielea sensibilă;
- țesăturile textile imprimate au activitate antimicrobiană ridicată ca urmare a efectului sinergic datorat utilizării concomitente a lianților polimerici de origine naturală, a hibridilor organic-anorganici din extracte naturale de fitocomponente obținut din plante ale familiei Ginger și a nanoparticulelor de seleniu generate in situ;
- materialele textile antimicrobiene sunt obținute folosind doar materiale naturale, ecologice, reducând astfel efectul de poluare asupra mediului înconjurător atât în procesul de producere, utilizare și reciclare, fiind astfel sustenabile.

Se prezintă în continuare patru exemple nelimitative de realizare a invenției.

Exemplul 1. O țesătură din fibre celulozice de 15 g, se supune imprimării pe o singură față a materialului, printr-un ecran serigrafic de poliester (70 fire/cm), cu 10 g compoziție de imprimare obținută prin dispersarea a 2 g extract apos 10% de ghimbir cu un conținut de 1% seleniu, în 8 g pastă de imprimare ce conține 0,5 g alginat de sodiu, 0,5 g glicerină în 7 g apă, urmată de uscare și termofixare la 120°C. Se obține un material imprimat uniform în nuanțe de bej. Mostrele de țesătură finisate au un nivel de inhibare de 95,5% pentru fungi (*Candida albicans*) și de 13,14% pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*), determinat în urma testelor efectuate pe tulpini ATCC, conform ISO 20743:2013.

În tabelul 1 se prezintă rezistențele țesăturilor celulozice funcționalizate la apă și transpirație, în funcție de liantul polimeric natural folosit pentru imprimările obținute conform exemplului 1.

Tabelul 1

Nr. crt.	Liant polimeric natural	Rezistența la apa	Rezistența la frecare ISO 105-X12: 1987	
			umeda	uscata
1	alginat de sodiu	2-3	3-4	3-4
2	făină de roscove	2-3	3-4	4
3	făină de orez	2-3	3	3-4
4	făină de linte neagră	1-2	2-3	3
5	făină de linte rosie	1-2	2-3	3

Exemplul 2. O țesătură din fibre celulozice de 15 g, se supune imprimării pe o singură față a materialului, printr-un ecran serigrafic de poliester (70 fire/cm), cu 10 g compoziție de imprimare obținută prin dispersarea a 2,5 g extract apos 10% de turmeric cu un conținut de 1% seleniu, în 7,5 g pastă de imprimare ce conține 0,5 g alginat de sodiu în 7 g apă, urmată de uscare și termofixare la 120°C. Se obține un material imprimat uniform în nuanțe de bej. Mostrele de țesătură finisate au un nivel de inhibare de 26,4% pentru fungi (*Candida albicans*) și de 19,7% pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*), determinat în urma testelor efectuate pe tulpini ATCC, conform ISO 20743:2013.

Exemplul 3. O țesătură din fibre celulozice de 15 g, se supune imprimării pe o singură față a materialului, printr-un ecran serigrafic de poliester (70 fire/cm), cu 10 g compoziție de imprimare obținută prin dispersarea a 3 g extract apos 10% de ghimbir cu un conținut de 0,8% seleniu, în 7 g pastă de imprimare ce conține 1 g făină de orez, 0,7 g glicerină în 5,3 g apă, urmată de uscare și termofixare la 120°C. Se obține un material imprimat uniform în nuanțe de bej deschis. Mostrele de țesătură finisate au un nivel de inhibare de 33,82% pentru fungi (*Candida albicans*) și de 22,6% pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*), determinat în urma testelor efectuate pe tulpini ATCC, conform ISO 20743:2013.

Exemplul 4. O țesătură din fibre celulozice de 15 g, se supune imprimării pe o singură față a materialului, printr-un ecran serigrafic de poliester (70 fire/cm), cu 10 g compoziție de imprimare obținută prin dispersarea a 2,5 g extract alcoolic 10% de

turmeric cu un conținut de 0,4% seleniu, în 7,5 g pastă de imprimare ce conține 1 g făină de orez, 2 g etanol, în 4,5 g apă, urmată de uscare și termofixare la 120°C. Se obține un material imprimat uniform în nuanțe de galben. Mostrele de țesătură finisate au un nivel de inhibare de 5,3% pentru fungi (*Candida albicans*) și de 4,6% pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*), determinat în urma testelor efectuate pe tulpini ATCC, conform ISO 20743:2013.

În tabelul 2 se prezintă coordonatele CIEL*a*b* ale țesăturilor celulozice funcționalizate, în funcție de tipul liantului natural folosit pentru imprimările obținute conform exemplului 4.

Tabelul 2

Nr. crt.	Liant polimeric natural	L*	a*	b*
1	făină de orez	83.68	-5.02	18.99
2	făină de linte neagră	73.17	0.04	16.6
3	făină de linte rosie	84.1	-0.98	10.92

Bibliografie

Pyrzynska, K.; Sentkowska, A. Biosynthesis of selenium nanoparticles using plant extracts, *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 2022, 12, 467–480 <https://doi.org/10.1007/s40097-021-00435-4>;

Soumya, M.; Shrudhi, D.K.S.; Happy, A.; Venkat Kumar Shanmugam; Efficacy of Biogenic Selenium Nanoparticles from an Extract of Ginger towards Evaluation on Anti-Microbial and Anti-Oxidant Activities, *Colloid and Interface Science Communications*, 2019, 29, 1-8, <https://doi.org/10.1016/j.colcom.2018.12.004>;

Pi, J.; Cai, J.; Jin, H.; Oridonin functionalized selenium nanoparticles and method of preparation thereof, AU 2015100839 A4, 2015;

Xueyun, Gao; Yi, Sun; Selenium nanoparticles with improved biological effects, US 8,445,026 B2, 2013;

Cruz, D.; Webster, T. Biosynthesis of selenium nanoparticles having antimicrobial activity, WO 206459 A1, 2020;

Payne, S. A. Antimicrobial Superfinish Method of Making, US 2004/0077747 A1, 2004;

Fikretin, S.; Selami, D.; Zeynep, U.; Antimicrobial Textiles, US 2014/0294905 A1, 2014;

Shalaby W. Shalaby, Antimicrobial Fabrics, US 6,780,799 B2, 2004;

Gang, S.; Minghua, M.; Multifunctional Antimicrobial Dyes, US 2005/0011012 A1, 2005;

Brian, R. G.; Katherine, E. B.; Textiles Having Antimicrobial Properties and Methods for Producing the Same, US 2014/0377467 A1, 2014;

Pentti S., Antimicrobial Composition, Method for Its Preparation and Its Use, US 2014/0234455A1, 2014;

Swamy, R.; Swamy, S. Textiles Having Antimicrobial Properties, EP 3 812 506 A1, 2021;

Parekh, A.; Gomber, S. P.; Barik, S. K.; Antimicrobial Finish on Fabrics, WO 2012/001702 A1, 2012;

Gulati, R.; Sharma, S.; Sharma, R. K. Antimicrobial textile: recent developments and functional perspective, *Polymer Bulletin*, 2022, 79, 5747–5771, <https://doi.org/10.1007/s00289-021-03826-3>.



PROCEDEU DE FUNCȚIONALIZARE A FIBRELOR TEXTILE NATURALE CELULOZICE CU COMPOZIȚII ANTIMICROBIENE CU NANOPARTICULE DE SELENIU

Revendicări

1. Procedeu de funcționalizare a fibrelor textile naturale celulozice constând în imprimare, uscare și termofixare **caracterizat prin aceea că** imprimarea se realizează serigrafic cu compoziții antimicrobiene eco-friendly constituite din: 1-40% material hibrid organic-anorganic obținut din extract apos-alcoolic de fitocomponeți, în care sunt generate nanoparticule de seleniu, conținând 0,1-5% seleniu, 5-90% liant polimeric natural, 5-10% solvent auxiliar, 0,1-40% mordant natural și 5-70% apă, uscarea se realizează la temperatura de 25-30°C, iar termofixarea la 100-130°C.

2. Procedeu de obținere, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** sursele vegetale pentru obținerea extractelor apos-alcoolice pot fi alese dintre rizomurile sau semințele plantelor din *familia Ginger*: galangal (*Alpinia galanga*), ardei melegueta (*Aframomum melegueta*), myoga (*Zingiber mioga*), korarima (*Aframomum corrorima*), turmeric (*Curcuma*), cardamom (*Amomum, Elettaria*).

3. Procedeu de obținere conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** liantul polimeric natural poate fi ales dintre: amidon de porumb, amidon de mazare, amidon de cartofi, făină de roscove, făină de orez, făină de linte, făină de soia, gelatină, alginat de sodiu, dextrină.

4. Procedeu de obținere, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** mordantul natural poate fi ales dintre: ulei de sumac, ulei de aloe vera, ulei de tung, ulei de in, ulei de ricin, ulei de neem, ulei de santal, ulei de cedru.

