



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0617875-8 A2**

(22) Data de Depósito: 20/10/2006
(43) Data da Publicação: 09/08/2011
(RPI 2118)



(51) *Int.Cl.:*
C08J 9/00 2006.01
C08J 9/12 2006.01

(54) Título: **MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE ESPUMA DE POLIESTIRENO COM ADITIVOS DE PROCESSAMENTO DE POLÍMERO**

(30) Prioridade Unionista: 27/10/2005 US 11/259.970

(73) Titular(es): OWENS CORNING INTELLECTUAL CAPITAL, LLC

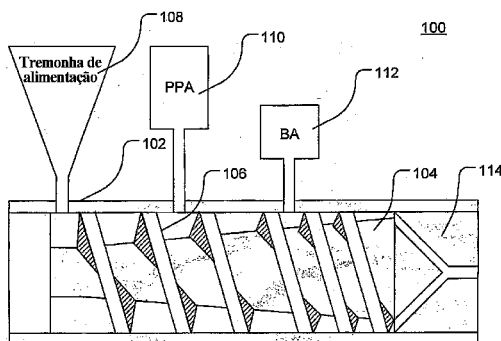
(72) Inventor(es): Bharat Patel, Klin A. Rodrigues, Mark Polasky, Mitchell Z. Weekley, Raymond M. Breindel, Roland R. Loh, Yadollah Delaviz

(74) Procurador(es): NELLIE ANNE DANIEL-SHORES

(86) Pedido Internacional: PCT US2006041121 de 20/10/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/050468 de 03/05/2007

(57) Resumo: MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE ESPUMA DE POLIESTIRENO COM ADITIVOS DE PROCESSAMENTO DE POLÍMERO. É revelado um método para fabricar espuma de poliestireno que utiliza um ou mais gases atmosféricos, particularmente CO₂, como o agente de sopro em combinação com um auxiliar de processamento de polímero (PPA), tipicamente um éster que é relativamente não volátil na faixa de temperatura de extrusão. O agente de sopro e o PPA podem ser ambos introduzidos na resina de poliestireno termoplástica fundida ou o PPA pode ser incorporado nas resinas de poliestireno de fonte sólida. A espuma resultante estará substancialmente isenta de agente de sopro residual e dimensionalmente estável em temperaturas ambientes.



"MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE ESPUMA DE POLIESTIRENO
COM ADITIVOS DE PROCESSAMENTO DE POLÍMERO"

CAMPO TÉCNICO E APLICABILIDADE INDUSTRIAL

A presente invenção refere-se a processos para
5 formar espumas poliméricas, particularmente à fabricação de
espumas de poliestireno extrusado (XPS) na ausência de agen-
tes de sopro de fluorocarbono e clorofluorocarbono pelo uso
de um ou mais ésteres, particularmente adipatos, benzoatos e
dibenzoatos, como meios auxiliares de processamento de polí-
10 mero (PPA) para melhorar a aparência e propriedades da espu-
ma resultante, e mais particularmente a processos para pre-
parar produtos de espuma de poliestireno extrusado a partir
de misturas de poliestireno utilizando dióxido de carbono
como agente de sopro primário.

15 A invenção refere-se a composições e métodos para
produzir placa de espuma de poliestireno extrusado (XPS) a-
propriado para aplicações de isolamento, particularmente pa-
ra sistema de acabamento de isolamento exterior (EIPS) para
construção de edifícios.

20 ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Na produção tradicional de espumas de poliestireno
(OS) utilizando um processo de extrusão, era comum utilizar-
se como agentes de sopro um ou mais halocarbons, como clore-
to de metila, cloreto de etila, clorocarbonos, fluorocarbo-
25 nos (incluindo HFCs) e clorofluorocarbonos (CFCs) incluindo
diclorodifluorometano, fluoroidrocarbonos ou clorofluoroi-
drocarbonos (que são também mencionados como "CFCs macios",
"HCFCs" ou "HFCs"). Os exemplos de tais halocarbons incluem

uma gama de CFCs como CFC-11 (clorotrifluorometano), CFC-12 (diclorodifluorometano) e CFC-113 (1,2,2-triflúor-1,1,2-tricloroetano) e hidroalocarbonos, também mencionados como CFCs "macios", HCFCs e HFCs, incluindo HCFC-22 (clorodifluorometano), HCFC-123 (1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano), HCFC-22 (clorodifluorometano), HCFC-123 (1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano), HCFC-142b (1-cloro-1,1-difluoroetano), HFC-134a (1,1,1,2-tetrafluoroetano), HFC-142a (1,1-difluoroetano), e HCFC-141b (1,1-dicloro-1-fluoroetano).

O procedimento geral utilizado na preparação de corpos de espuma sintética extrusada inclui, genericamente, as etapas de fundir uma composição polimérica de base, incorporando um ou mais agentes de sopro e outros aditivos na fundição polimérica sob condições que fornecem a mistura completa do agente de sopro e o polímero enquanto evita que a mistura espume prematuramente, por exemplo, sob pressão. Essa mistura é então tipicamente extrusada através de uma matriz de extrusão de estágio único ou múltiplo para resfriar e reduzir a pressão na mistura, permitir que a mistura espume e produza um produto espumado. Como será reconhecido, as quantidades relativas do(s) polímero(s), agente(s) de sopro e aditivos, a temperatura e o modo no qual a pressão é reduzida tenderão a afetar as qualidades e propriedades do produto de espuma resultante.

A solubilidade de clorofluorocarbonos e certos alcanos em poliestireno tende a reduzir a viscosidade de fundição de extrusão e melhorar o resfriamento de fundições de poliestireno expandido (OS). Por exemplo, a combinação de

pentano e um clorofluorocarbono como Freon 11 e 12 é parcialmente solúvel em poliestireno e foi utilizada para gerar espumas de poliestireno que apresentaram uma aparência genericamente aceitável e propriedades físicas como acabamento
5 de superfície, tamanho e distribuição de células, orientação, encolhimento e rigidez.

Entretanto, em resposta à contribuição aparente desses compostos de CF à redução da camada de ozônio na estratosfera da terra, o uso difundido e liberação atmosférica
10 associada de tais compostos em aplicações como propelentes de aerossol, refrigerantes, agentes de sopro de espuma e solventes de especialidade foi recentemente drasticamente reduzido ou eliminado por regulação governamental. Embora certos dos CFCs "macios" como certos hidrofluorocarbonos
15 (HFCs) incluindo 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-13a) e 1,1-difluoroetano (HFC-152a) sejam considerados como muito mais favoráveis a ozônio e considerados como agentes de sopro alternativos. Entretanto, esses compostos alternativos são caros, tendem a ser menos solúveis em poliestireno, tendem a
20 ter condutividade térmica mais elevada do que HCFCs e podem ainda contribuir para o aquecimento global.

Hidrocarbonetos como pentano, hexano, ciclopentano e outros homólogos dessa série foram também considerados, porém são altamente inflamáveis e voláteis, desse modo originando preocupações tanto de segurança quanto de emissão de
25 VOC. Dióxido de carbono é um candidato atraente como agente de sopro, a partir dos pontos de vista tanto ambiental como econômico. Os desafios associados a utilizar com sucesso CO₂

como agente de sopro são, entretanto, significativos à luz da solubilidade relativamente baixa, elevada difusibilidade e processabilidade deficiente de CO₂ em resinas de poliestireno. CO₂ tem também uma condutividade térmica aumentada em
5 relação àquela de HCFC-142b e HFC-134a, com espuma soprada de CO₂ apresentando valores de isolamento de produto geral de aproximadamente 17% e aproximadamente 10% mais baixos respectivamente do que espumas correspondentes produzidas com HCFC-142b e HFC-134a.

10 Outras tentativas anteriores utilizaram álcoois, como etanol, ou hidrocarboneto, como ciclopentano, em combinação com CO₂ para melhorar a processabilidade e permitir a produção de placa de espuma de poliestireno extrusado tendo propriedades térmica e física alvo ou desejadas. Os proble-
15 mas com agentes de co-sopro como álcoois ou hidrocarbonetos são sua inflamabilidade, segurança e o impacto negativo sobre as propriedades de isolamento e desempenho de chama do produto final.

Processos convencionais incluem processos de espuma de polímero para fabricar artigos termoformados onde o
20 agente de sopro compreende uma mistura de pelo menos um gás atmosférico e pelo menos um agente de sopro de plastificação volátil. Tentativas anteriores para misturar hidrocarbonetos normalmente líquidos e agentes de sopro normalmente gasosos
25 obtiveram genericamente sucesso somente limitado e tendiam a exigir grande cuidado para produzir espumas de polímero aceitáveis utilizando agentes de sopro altamente voláteis como dióxido de carbono.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Os objetivos da presente invenção incluem fornecer um método aperfeiçoado de fabricar espumas poliméricas utilizando um ou mais gases atmosféricos como agente de sopro em combinação com pelo menos um éster, particularmente um éster de adipato, como um meio auxiliar de processamento de polímero.

Em uma modalidade exemplar da invenção, espumas de poliestireno extrusado são preparadas a partir de uma fundição polimérica, tipicamente uma que inclua um poliestireno de espuma de fusão elevada como o componente polimérico primário, um gás atmosférico como CO₂ como o agente de sopro primário e pelo menos um meio auxiliar de processamento de polímero selecionado de um grupo de ésteres, especialmente adipatos tendo uma estrutura bis(n-R), onde R é alifático (linear, cíclico e ramificado, saturado e insaturado) ou aromático com um adipato preferido sendo bis(n-decanil) adipato.

Em uma modalidade exemplar da invenção, a fundição de polímeros será preparada a partir de uma porção principal de um ou mais polímeros estirênicos que apresentam um índice elevado de fusão, por exemplo, um índice de fusão de pelo menos aproximadamente 10,0 (g/10 minutos) (como medido de acordo com ASTM D 1238, Condição L) que é combinado com não mais do que aproximadamente 5% em peso de bis(n-decanil) adipato como um meio auxiliar de processamento de polímero e menos do que aproximadamente 4% em peso de CO₂ como agente de sopro.

Em uma modalidade exemplar da invenção, a fundição de polímeros será preparada a partir de polímeros ou copolí-

meros estirênicos pré-formados que podem ter sido pré-compostos com bis(n-decanil) adipato. Alternativa ou adicionalmente, o bis(n-decanil) adipato pode ser injetado diretamente na fundição polimérica em uma posição intermediária ao longo da trajetória de extrusor de parafuso. Além do bis(n-decanil) adipato, outros meios auxiliares de processamento podem ser incorporados nos polímeros estirênicos pré-formados ou podem ser injetados na fundição à medida que se move através do extrusor. O(s) agente(s) de sopro como CO₂, também é injetado na fundição polimérica em uma porção intermediária ao longo da trajetória de extrusor de parafuso. Em qualquer evento, cada um dos aditivos e agente(s) de sopro deve ser introduzido na fundição polimérica suficientemente a jusante da matriz de extrusão para assegurar que a mistura adequada seja obtida antes da composição atingir a matriz de extrusão.

De acordo com a invenção, o método de fazer espuma de poliestireno compreende misturar um gás atmosférico como dióxido de carbono, nitrogênio ou ar e pelo menos um agente de mistura não volátil em uma fundição de poliestireno. A fundição de poliestireno pode também incluir um ou mais agentes de nucleação como talco, bicarbonato de sódio ou ácido cítrico. A mistura da fundição de poliestireno, gás atmosférico e o agente de mistura são então emitidos através de uma matriz de extrusão, desse modo reduzindo a pressão e permitindo que o agente de sopro expanda e forme espuma de poliestireno. Dependendo da concentração do agente de sopro e das condições de extrusão, a espuma resultante pode não ter substancialmente agente de sopro residual e apresentará pro-

priedades de superfície e espuma aceitável.

DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

Modalidades de exemplo da invenção serão evidentes a partir da descrição mais específica de certas modalidades de exemplo da invenção fornecidas abaixo e como ilustrado nos desenhos em anexo.

A Figura 1 é um desenho esquemático de um aparelho de extrusão exemplar útil para pôr em prática métodos de acordo com a invenção;

10 A Figura 2 é um desenho esquemático de outro aparelho de extrusão exemplar útil para pôr em prática métodos de acordo com a invenção, e

A Figura 3 é um gráfico ilustrando medições de pressão obtidas utilizando uma variedade de composições e métodos comparativos e demonstrativos.

Esses desenhos foram fornecidos para auxiliar a compreensão das modalidades de exemplo da invenção, como descrito em mais detalhe abaixo e não devem ser interpretados como limitando indevidamente a invenção. Em particular, o número espaçamento relativo, posicionamento, dimensionamento e dimensões dos vários elementos ilustrados nos desenhos não são traçados em escala e podem ter sido exagerados, reduzidos ou de outro modo modificados para fins de clareza aperfeiçoada.

25 DESCRIÇÃO DETALHADA DE MODALIDADES EXEMPLARES

Como ilustrado na figura 1, um aparelho de extrusão 100 útil para pôr em prática métodos de acordo com a invenção pode compreender um extrusor de parafuso único ou du-

plo (não mostrado) incluindo um cilindro 102 circundando um parafuso 104 no qual são fornecidos um vôo espiral 106 configurado para comprimir, e desse modo, aquecer o material introduzido no extrusor de parafuso. Como ilustrado na figura 1, a composição polimérica básica pode ser alimentada para dentro do extrusor de parafuso como um sólido fluível, como contas, grânulos ou pelotas, ou como uma fundição líquida ou semilíquida, a partir de uma ou mais (não mostradas) tremonhas de alimentação 108.

10 À medida que a composição polimérica básica avança através do extrusor de parafuso, o espaçamento decrescente do vôo 106, define um espaço sucessivamente menor através do qual a composição de polímero é forçada pela rotação do parafuso. Esse volume decrescente atua para aumentar a temperatura da composição de polímero para obter uma fundição polimérica (se material de partida sólido foi utilizado) e/ou
15 aumentar a temperatura da fundição polimérica.

 À medida que a composição de polímero avança através do extrusor de parafuso 100, um ou mais orifícios podem
20 ser fornecidos através do cilindro 102 com aparelho associado 110 configurado para injetar um ou mais meios auxiliares de processamento de polímero para dentro da composição de polímero. Similarmente, um ou mais orifícios pode ser fornecido através do cilindro 102 com aparelho associado 112 para
25 injetar um ou mais agentes de sopro para dentro da composição de polímero. Após o(s) meio(s) auxiliar(es) de processamento de polímero e agente(s) de sopro terem sido introduzidos na composição de polímero, a mistura resultante é submetida a

um pouco de mistura adicional suficiente para distribuir cada um dos aditivos genericamente uniformemente por toda a composição de polímero para obter uma composição de extrusão.

Essa composição de extrusão é então forçada através de uma matriz de extrusão 114 e sai da matriz para dentro de uma região de pressão reduzida (que pode estar abaixo da pressão atmosférica), desse modo permitindo que o agente de sopro expanda e produza uma camada de espuma polimérica ou chapa. A espuma polimérica pode ser submetida a processamento adicional como calandragem, imersão em água, pulverizações de resfriamento ou outras operações para controlar a espessura e outras propriedades do produto de espuma polimérica resultante.

Como ilustrado na figura 2, um aparelho de extrusão 200 útil para pôr em prática métodos de acordo com a invenção pode compreender um extrusor de parafuso único ou duplo (não mostrado) incluindo um cilindro 202 circundando um parafuso 204 no qual são fornecidos um vóo espiral 206 configurado para comprimir, e desse modo, aquecer o material introduzido no extrusor de parafuso. Como ilustrado na figura 2, a composição polimérica básica, opcionalmente composta com um ou mais meios auxiliares de processamento de polímero, pode ser alimentada para dentro do extrusor de parafuso como um sólido fluível, como contas, grânulos ou pelotas, ou como uma fundição líquida ou semilíquida, a partir de uma ou mais (não mostradas) tremonhas de alimentação 208.

À medida que a composição polimérica básica avança através do extrusor de parafuso, o espaçamento decrescente

do vo 206, define um espao sucessivamente menor atravs do qual a composio de polmero  forada pela rotao do parafuso. Esse volume decrescente atua para aumentar a temperatura da composio de polmero para obter uma fundio polimrica (se material de partida slido foi utilizado) e/ou
5 aumentar a temperatura da fundio polimrica.

 medida que a composio de polmero avança atravs do extrusor de parafuso 200, um ou mais orifcios podem ser fornecidos atravs do cilindro 202 com aparelho associado
10 do 212 configurado para injetar um ou mais agentes de sopro, e opcionalmente meios auxiliares de processamento de polmero para dentro da composio de polmero. Aps as quantidades desejadas de polmero, meio(s) auxiliar(es) de processamento de polmero e agente(s) de sopro terem sido introduzi-
15 dos no extrusor de parafuso, a mistura resultante  submetida a um pouco de mistura adicional suficiente para distribuir cada um dos aditivos genericamente uniformemente por toda a composio de polmero para obter uma composio de extruso.

Essa composio de extruso  ento forada atravs de uma matriz de extruso 214 e sai da matriz para dentro de uma regio de presso reduzida (que pode estar abaixo da presso atmosfrica), desse modo permitindo que o agente de sopro expanda e produza uma camada de espuma polimrica ou chapa. Como ilustrado na figura 2, essa reduo de presso
20 pode ser obtida gradualmente  medida que a mistura polimrica extrusada avança atravs de aberturas sucessivamente maiores fornecidas na matriz ou atravs de algum aparelho apropriado (no mostrado) fornecido a jusante da matriz de ex-
25

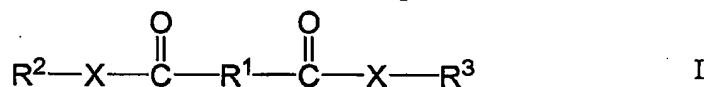
trusão para controlar até um certo grau o modo no qual a pressão aplicada na mistura polimérica é reduzida. A espuma polimérica pode ser também submetida a processamento adicional como calandragem, imersão em água, pulverizações de resfriamento ou outras operações para controlar a espessura e outras propriedades do produto de espuma polimérica resultante.

Métodos exemplares de acordo com a invenção podem utilizar um ou mais de uma variedade de agentes de sopro para obter as propriedades de espuma polimérica desejadas no produto final. Em geral, a composição polimérica incluirá pelo menos uma grande porção de um poliestireno de fluxo de fusão elevada (por exemplo, um poliestireno tendo um índice de fluxo à fusão de pelo menos aproximadamente 10 g/10 minutos (como medido de acordo com ASTM 1238 Condição L) utilizando um gás atmosférico, preferivelmente CO₂ como o agente de sopro principal).

Além de CO₂, um ou mais meios auxiliares de processamento de polímero (PPA) selecionados de um grupo de ésteres, particularmente ésteres de adipato, e mais particularmente bis(n-R) ésteres de adipato, onde R é selecionado de um grupo que consiste em grupos de C₆-C₁₆ e preferivelmente C₈-C₁₃ alifático (linear, cíclico e ramificado, saturado e insaturado) e aromático (substituído e não substituído), particularmente compostos como bis(n-decanil) adipato. O(s) meio(s) auxiliar(es) de processamento melhorarão a estabilidade do perfil de pressão/temperatura de extrusão e desse modo melhorarão a uniformidade na produção de espessuras diferentes de placa de espuma de poliestireno utilizando um

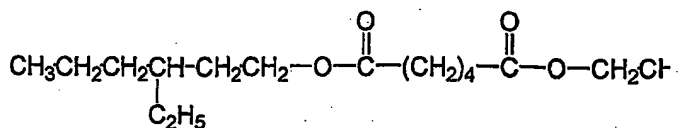
gás atmosférico como ar, N₂, ou preferivelmente CO₂ como o agente de sopro principal.

A composição polimérica será preferivelmente um polímero estirênico e/ou outro polímero tendo um índice de
 5 fluxo à fusão suficientemente elevado (MFI ou número de fluxo de fusão), por exemplo, um índice de fluxo de fusão à pelo menos aproximadamente 10 (g/10 minutos), desse modo aumentando a solubilidade de CO₂ em relação àquela que pode ser obtida com poliestirenos tendo um MFI menor do que 10.
 10 Essa composição polimérica pode ser então combinada com quantidade menor de um meio auxiliar de processamento de polímero, tipicamente um éster e preferivelmente um éster de adipato de acordo com a Fórmula geral I fornecida abaixo:

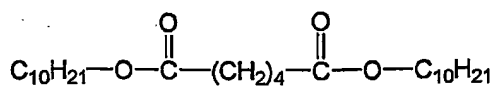


Onde X é nitrogênio ou oxigênio, R¹ é selecionado
 15 de um grupo que consiste em alquila C₁-C₂₀, arila ou alcarila e R² e R³ são independentemente selecionados de um grupo que consiste em hidrogênio, grupos de C₁-C₂₀, preferivelmente C₆-C₁₆ e mais preferivelmente C₈-C₁₃ alifático (linear, cíclico e ramificado, saturado e insaturado) e aromático (substituído e não substituído) (e são genericamente idênticos), alca-
 20 rila e alcóxilato, onde R² e R³ não podem ser ambos H. Compostos representativos são representados pelas Fórmulas II-IV como fornecido abaixo:

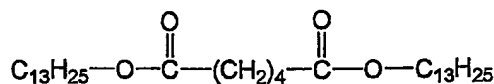
ÉSTER DE ADIPATO



FÓRMULA II

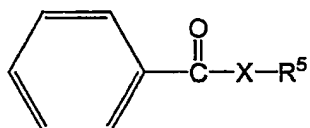


III



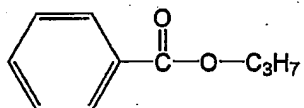
IV

Além dos ésteres de adipato detalhados acima, benzoatos correspondendo genericamente à fórmula geral V e reproduzidos abaixo podem ser úteis para aumentar a solubilidade de CO_2 em composições poliméricas, como poliestireno.

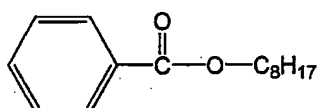


V

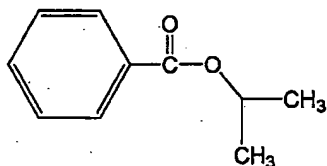
- 5 Onde X é nitrogênio ou oxigênio, R^5 é selecionado de um grupo que consiste em alquila $\text{C}_1\text{-C}_{20}$, arila, alcarila e alcoxilato. Compostos apropriados correspondendo à estrutura geral ilustrada na Fórmula V para uso na presente invenção são ilustrados abaixo como Fórmulas VI-X:



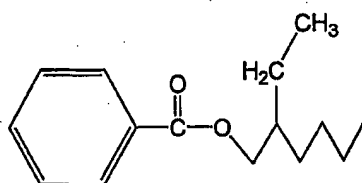
VI



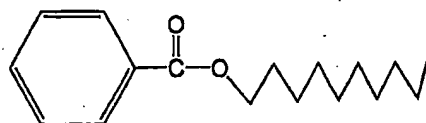
VII



VIII

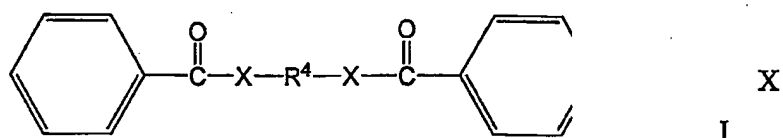


IX

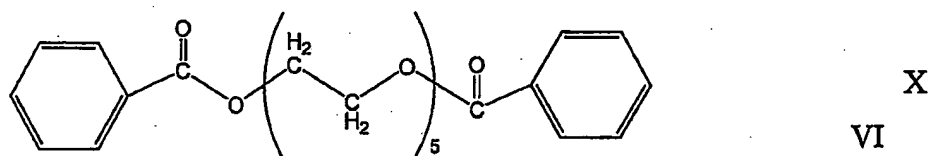
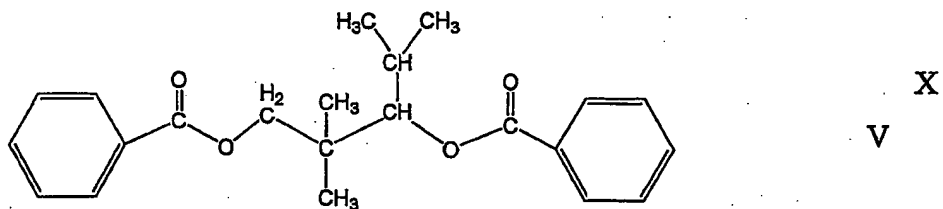
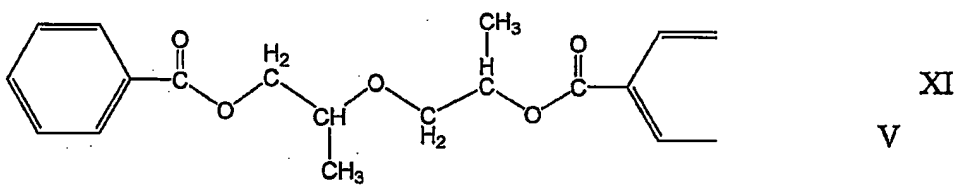
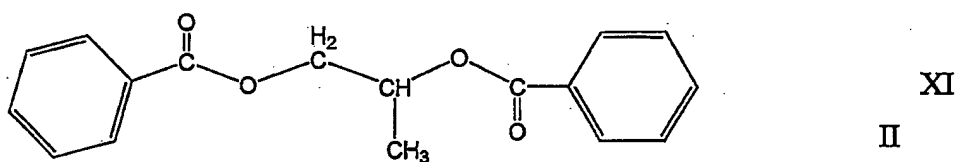
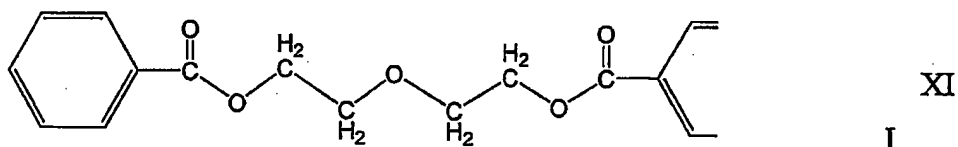


X

acima, dibenzoatos correspondendo genericamente à Fórmula geral XI e reproduzidos abaixo podem ser úteis para aumentar a solubilidade de CO₂ em composições poliméricas, como poli-estireno.



5 Onde X é nitrogênio ou oxigênio, R⁴ é selecionado de um grupo que consiste em alquila C₁-C₂₀, arila, alcarila e alcóxilato. Compostos apropriados correspondendo à estrutura geral ilustrada na Fórmula V para uso na presente invenção são ilustrados abaixo como Fórmulas XII-XVI:



10 Uma porção menor, tipicamente menor do que aproximadamente 5% em peso, preferivelmente menor do que aproxima-

damente 3% em peso ou, talvez ainda menor do que aproximadamente 2% em peso de um PPA, como um meio auxiliar de processamento de polímero de adipato, pode ser utilizada em combinação com uma concentração similar ou maior do(s) agente(s) de sopro. Por exemplo, bis(n-decanil) adipato (Fórmula III) pode ser incorporado em um sistema polimérico ou fundição em uma taxa tão baixa quanto aproximadamente 0,5% em peso e ainda apresentar melhorias na solubilidade de CO₂, estabilidade de processo de extrusão como refletido por perfis de temperatura/pressão do processo para produzir placa de espuma apresentando estabilidade dimensional aperfeiçoada. Os ésteres, e particularmente ésteres de adipato, tenderão a exceder o desempenho de compostos de álcool menores, como etanol, para manter as propriedades dos produtos de placa de espuma resultantes, particularmente quando CO₂ é utilizado como o único agente de sopro.

Naqueles casos nos quais o PPA é disponível como um líquido em ou quase em temperatura ambiente, como bis(n-decanil) adipato, o PPA pode ser bombeado através de um injetor e para dentro de um ponto intermediário no movimento da composição polimérica através do dispositivo de extrusão ou extrusor. Por conseguinte, para sistemas ou aparelhos que incorporaram equipamento de manipulação de líquido apropriado, como as montagens que foram utilizadas para injetar um ou mais PPA's convencionais como etanol, essas mesmas montagens podem ser utilizadas para injetar um ou mais dos novos PPAs.

Outros aditivos de PPA como bis(3-etil hexil) adipato (Fórmula II) e bis(n-tridecanil) (Fórmula IV) e outros

compostos similares tendem a exibir efeitos similares com relação à melhoria da processabilidade de CO₂ na fundição polimérica. Outros polímeros e copolímeros como copolímeros de metacrilato de metil estireno (SMMA) também podem ser utilizados como a composição polimérica em métodos de acordo com a presente invenção e podem ser processados no mesmo aparelho como poliestireno cristalino de finalidade geral.

Com relação a copolímeros em particular, utilizando bis(n-decanil) adipato como PPA em uma composição de copolímero de SMMA tendo uma razão molar de S:MMA de aproximadamente 80:20 é capaz de suportar aproximadamente 5% em peso de CO₂ na composição de extrusão. Essa composição polimérica e esquema de aditivo de PPA tende a aumentar a força de sopro e reduzir as demandas de resfriamento associadas aos produtos de placa de espuma de poliestireno resultantes.

Vários dos PAAs, incluindo o bis(n-decanil) adipato, podem ser compostos com outros polímeros e copolímeros como acrilato de metil etileno e adicionados diretamente às partículas fluíveís, contas, pelotas ou outras formas compostas e tendem a apresentar efeitos similares sobre o processo de espumação em geral e melhorar a solubilidade de CO₂ na composição polimérica. O(s) composto(s) de PAA pode(m) ser incorporado(s) na fundição através de injeção direta no extrusor ou através de pré-composição (mistura) do(s) composto(s) de PAA com um ou mais dos outros polímeros ou aditivos compatíveis para obter concentrações eficazes similares na composição de extrusão final e desse modo produzir efeitos similares.

Foi observado também pelos inventores que a presença de bis(n-decanil) adipato (Fórmula III) parece aumentar a solubilidade de HFC-134a na composição polimérica. Por conseguinte, a presença de bis(n-decanil) adipato ajuda a suportar composições poliméricas utilizando combinações de agentes de sopro como HFC-134a/CO₂ bem como a adição de água como agente de co-sopro para produzir placa de espuma de poliestireno com propriedades desejadas.

Exemplos

Uma série de experimentos foi conduzida para investigar o desempenho relativo da invenção e práticas convencionais na produção de produtos XPS. Cada um dos experimentos utilizou poliestireno de cristal de finalidade geral amorfo (especificamente PS NC0038 da NOVA Chemical) tendo um índice de fluxo à fusão de 5-30 (g/10 min) (ASTM D 1238 Condição L), 0,78% em peso de bis(n-decanil) adipato, 1,0% em peso de hexabromociclododecano como um retardador de chamas e 0,2% em peso de talco como agente de nucleação. Essa mistura foi então alimentada para dentro de um extrusor de parafuso duplo tendo um diâmetro de parafuso de 132 mm. Os sólidos são fundidos, e então misturados com 3,7% em peso de CO₂.

A partir do extrusor, a mistura espumável plástica foi resfriada a uma segunda temperatura (genericamente mencionada como temperatura de fusão de matriz) e extrusada em uma região de pressão reduzida para formar um produto de espuma. Nesse caso, a mistura foi resfriada a uma temperatura de fusão de matriz de aproximadamente 47°C e foi então ejetada através de uma abertura de matriz (27 cm x

1,41 mm) para dentro de uma região de pressão inferior. Amostras exemplares de acordo com a invenção foram geradas pela espumação da mistura sob condições tanto de pressão atmosférica (101,3 kPa) como pressão subatmosférica, especificamente um vácuo de aproximadamente 74,3, 60,8 e 47,3 kPa de Hg respectivamente.

Amostras comparativas foram preparadas utilizando HCFC-142b (11% em peso com base no teor de polímero) como agente de sopro e utilizando uma combinação de CO₂ (3,7% em peso) e etanol (1,5% em peso) como um sistema de agente de sopro. Amostras exemplares adicionais foram produzidas utilizando CO₂ (3,7% em peso) e bis(n-decanil) adipato (Fórmula III) (0,5% em peso) como um sistema de agente de sopro. O baixo nível de bis(n-decanil) adipato ajuda as características de superfície de espuma e ao mesmo tempo aumenta a processabilidade de fusão de polímero. A flutuação de pressão de matriz é normalmente uma indicação de quanto do sistema de agente de sopro polimérico processa na linha piloto. Como pode se ver a partir da figura 1 as alterações gerais de pressão não são significativas, em comparação com os sistemas acima mencionados.

A Figura 3 mostra uma comparação entre HCFC-142b 11% atual, CO₂ 3,7%/etanol 1,5% e CO₂ 3,7%/bis(n-decanil) adipato em níveis de 0,5%, 1,0% e 1,5% com a respectiva pressão de extrusão para fora, pressão de refrigerante estática e pressão de matriz monitoradas em cursos de linha piloto com essas composições. Para o sistema 142b (controle) PS (NOVA 1220) de finalidades gerais com índice de fluxo à

fusão de 1,6 (g/10,0 minutos) foi utilizado. Para CO₂/etanol e todos os outros cursos PS com índice de fluxo à fusão elevada 10,0 (g/10 minutos) (NOVA NN0038) foi utilizado. Tentativas foram feitas para produzir placa de espuma com uma espessura em torno de 25,4 mm enquanto mantém todos os outros parâmetros de processo relativamente constantes.

Embora a figura 3 mostre as pressões de extrusão em condição atmosférica, essa relação parece ser verdadeira para aproximadamente 67,5 kPa de Hg (ou quaisquer outros níveis a vácuo) também. Esses resultados foram obtidos em uma instalação de linha piloto Owens Corning em Tallmadge, Ohio. Esse perfil de pressão de extrusão é uma indicação de facilidade de capacidade de processo e solubilidade de agente de sopro na fundição. Embora as pressões de extrusão para fora, refrigerante e matriz para o sistema de CO₂/bis(n-decanil) adipato fossem mais elevadas em relação ao sistema 142b convencional, eram muito comparáveis com o sistema de CO₂/etanol. Na realidade, CO₂/bis(n-decanil) adipato em nível de 1,5% excede o desempenho do sistema de CO₂/etanol em termos de facilidade de capacidade de processo.

Posteriormente durante os experimentos o polímero foi comutado para um copolímero de S:MMA 80:20 (NOVA NC0044). Como o processo parecia relativamente estável, aumentou-se o CO₂ incrementalmente para 4,3% para aumentar tanto o potencial de sopro como as capacidades de resfriamento. Esse nível de CO₂ mais elevado forneceu produtos aceitáveis com uma boa superfície sob condições atmosféricas. Aparentemente a presença do PPA bis(n-decanil) adipato com-

binado com copolímero de S:MMA de índice de fusão elevado e mais polar ajuda a aumentar a solubilidade de CO₂ no sistema polar. A capacidade de dissolver mais CO₂ tem um impacto imenso sobre a força de resfriamento do sistema de BA e facilidade de capacidade de processo. Os resultados dos experimentos são reportados abaixo na Tabela 1. O tamanho médio de célula, módulo de compressão, percentagem de células abertas e valor-R foram todos medidos.

Valor-R, ou resistência térmica total, é a medida da resistência de transferência de calor. O método de determinar o valor-R é descrito como a seguir. Condutividade térmica, k é definida como a razão do fluxo de calor por seção transversal unitária para a queda de temperatura por espessura unitária com a unidade US:

$$\frac{\text{Btu} \cdot \text{in}}{\text{Hr} \cdot \text{Ft}^2 \cdot ^\circ\text{F}}$$

E a unidade métrica:

$$\frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{k}}$$

A transferência de calor através de um material isolante pode ocorrer através de condutividade de sólido, condutividade de gás, radiação e convecção. A resistência térmica total (valor-R), R é a medida da resistência à transferência de calor, e é determinada como:

$$R = t / k$$

Onde t = espessura.

Houve algumas diferenças em propriedades físicas notáveis entre placas feitas utilizando HCFC-142B,

CO₂/etanol e CO₂/bis(n-decanil) adipato, Tabela 1. A placa se torna mais fraca à medida que o nível de bis(n-decanil) adipato aumenta a partir de 0,5 para 1,5%, um resultado que sugere um grau mais elevado de plastificação. Além disso, aparentemente como resultado das concentrações crescentes de bis(n-decanil) adipato, o teor de células abertas tendeu a aumentar de acordo.

Experimentos adicionais foram feitos utilizando PS NC0038 (NOVA Chemicals) tanto com HFC-134a 7%/CO₂ 0,5%/bis (n-decanil) adipato 1,5% e HFC-134a/bis(n-decanil) adipato 1,5% como as composições de sopro na mesma linha piloto utilizada para gerar o HFC-142b discutido acima. Esses experimentos produziram espumas PS tendo densidades de 2,25 pcf com um teor de células abertas de somente aproximadamente 2,29%, um valor que está bem compreendido na faixa aceitável. Nesses dois cursos, um polímero de acrilato de metil etila a 0,2% adicional foi utilizado para aperfeiçoar a qualidade de superfície da placa de espuma.

Tabela 1 - propriedades de placa de espuma

	HCFC-142b	etanol	Fórmula I	Fórmula II	Fórmula III
Célula média (mm)	0,213	0,151	0,154	0,16	0,172
Módulo de compressão (kPa)	8694	8963	6694		4984
Célula aberta (%)	0,42	2,74	3,55	4,52	6,81
Valor-R (por milímetro)	127	106,68	106,68	106,68	106,68

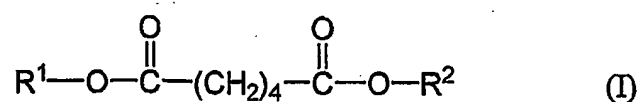
dos de fabricar produtos de espuma baseados em poliestireno utilizando um ou mais gases atmosféricos e/ou um haloidro-carbono como o(s) agente de sopro primário(s) em combinação com um meio auxiliar de processamento de polímero compreendendo um ou mais ésteres, particularmente adipatos, benzoatos e dibenzoatos. Além disso, à medida que a espuma de poliestireno é extrusada, a fundição pode ser espumada e resfriada a um grau suficiente para manter níveis de processo genericamente normais e pode, por conseguinte, ser controlada com práticas convencionais para obter produtos de espuma adaptados para usos finais específicos. Essas práticas convencionais podem ser adaptadas para uso com a presente invenção para fornecer algum grau de controle sobre a densidade de espuma e tamanho de célula enquanto utiliza aparelho de extrusão convencional e processamento pós-extrusão.

Embora a invenção tenha sido descrita no contexto de materiais de espuma de poliestireno específicos, o método inventivo também é aplicável a outras composições poliméricas e várias combinações de agentes de mistura para obter uma variedade de materiais de espuma polimérica. Modalidades de exemplo da invenção foram revelados aqui e, embora termos específicos sejam empregados, são utilizados e devem ser interpretados em um sentido genérico e descritivo somente e não para fins de limitação. Por conseguinte, será entendido por aqueles com conhecimentos comuns na técnica que várias mudanças em forma e detalhes do aparelho e métodos revelados podem ser feitas sem se afastar do espírito e escopo da invenção como exposto nas reivindicações a seguir.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
CARACTERIZADO por compreender:

preparar uma fundição polimérica a partir de uma
5 quantidade maior de uma composição de polímero tendo índice
de fluxo à fusão de pelo menos 10 e uma quantidade menor de
pelo menos um adipato de acordo com a fórmula I:



onde R¹ e R² são independentemente selecionados de
10 pelo menos um de hidrogênio, grupos alifático C₆–C₁₆ e aromá-
tico C₆–C₁₆;

injetar CO₂ na fundição polimérica para formar uma
mistura espumável; e

lançar a mistura espumável através de uma matriz
15 para dentro de uma região de pressão reduzida.

2. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de
que a composição de polímero é substancialmente toda de po-
liestireno.

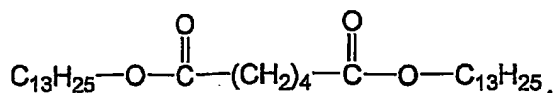
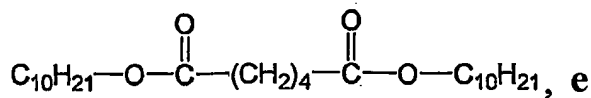
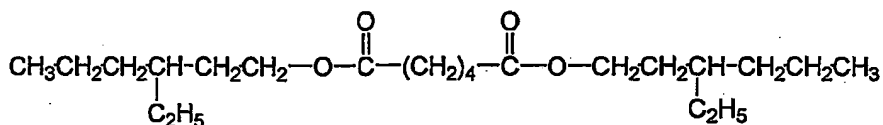
20 3. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de
que a composição de polímero inclui uma porção maior de po-
liestireno.

4. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
25 de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de
que o CO₂ representa pelo menos aproximadamente 2% em peso
da mistura espumável.

5. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o CO₂ representa pelo menos aproximadamente 3,5% em peso da mistura espumável.

5 6. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que R¹ e R² são independentemente selecionados de pelo menos um entre hidrogênio, grupos aromático e alifático C₈-C₁₃.

7. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
10 de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adipato representa não mais do que aproximadamente 5,0% em peso da mistura espumável e é selecionado de pelo menos um de:



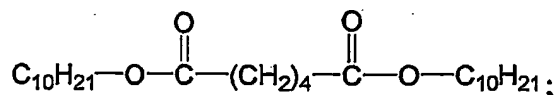
8. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
15 de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pressão reduzida está entre aproximadamente 101,3 kPa e aproximadamente 47,3 kPa.

9. Método de fabricar espuma polimérica expandida,
de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de
20 que:

a composição de polímero inclui uma porção maior de poliestireno;

o CO₂ representa aproximadamente 3,7% em peso da mistura espumável;

o adipato não representa mais do que aproximadamente 2,0% em peso da mistura espumável e inclui uma porção maior de bis(n-decanil) adipato:

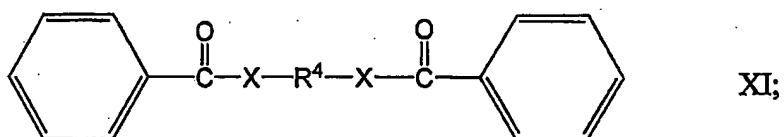
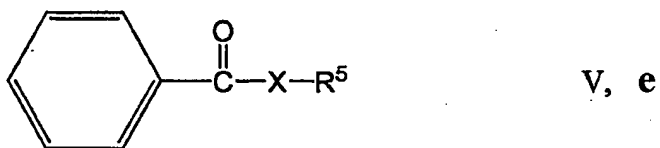
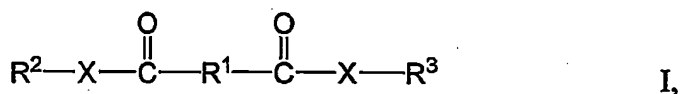


a pressão reduzida está entre aproximadamente 101,3 kPa e aproximadamente 47,3 kPa; e

a espuma expandida resultante tem um tamanho médio de célula menor do que aproximadamente 0,2 mm, um módulo de compressão não maior do que aproximadamente 7 MPa.

10. Método de fabricar espuma polimérica expandida, **CARACTERIZADO** por compreender:

preparar uma fundição polimérica a partir de uma quantidade maior de uma composição de polímero tendo índice de fluxo à fusão de pelo menos 10 e uma quantidade menor de pelo menos um aditivo selecionado de um grupo de compostos representados pelas fórmulas



onde:

X é selecionado de um grupo que consiste em O e N;

20 R¹ é selecionado de pelo menos um entre alquila C₁-

C₂₀, arila ou alcarila;

R² e R³ são independentemente selecionados de pelo menos um entre hidrogênio, alquila C₁-C₂₀, arila, alcarila e grupos alcoxilato, onde somente um de R² e R³ pode ser H;

5 R⁴ e R⁵ são selecionados de pelo menos um entre hidrogênio, alquila C₁-C₂₀, arila, alcarila e alcoxilato;

injetar CO₂ na fundição polimérica para formar uma mistura espumável; e

10 lançar a mistura espumável através de uma matriz para dentro de uma região de pressão reduzida.

11. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a composição de polímero é substancialmente toda de poliestireno.

15 12. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a composição de polímero inclui uma porção maior de poliestireno.

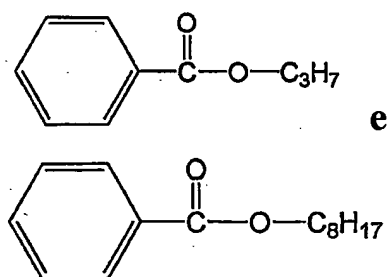
20 13. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o CO₂ representa pelo menos aproximadamente 2% em peso da mistura espumável.

25 14. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o CO₂ representa pelo menos aproximadamente 3,5% em peso da mistura espumável.

15. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fa-

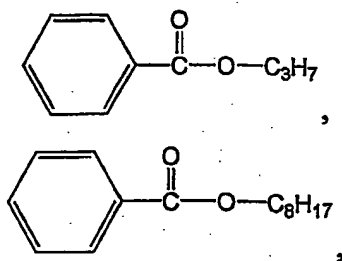
to de que R^1 é selecionado de pelo menos um entre hidrogênio, grupos aromático e alifático C_8-C_{13} .

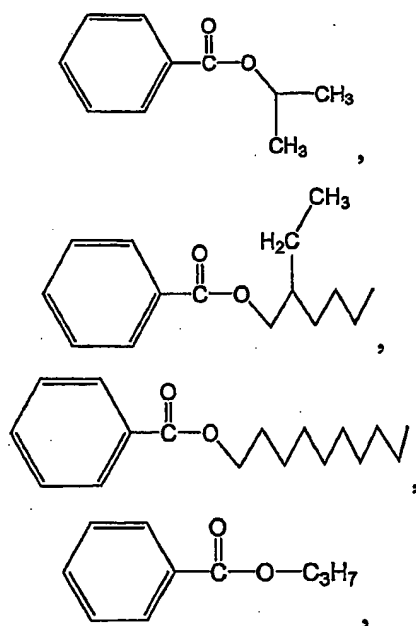
16. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aditivo representa não mais do que aproximadamente 5,0% em peso da mistura espumável e é selecionado de pelo menos um de:



17. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pressão reduzida está entre aproximadamente 101,3 kPa e aproximadamente 47,3 kPa.

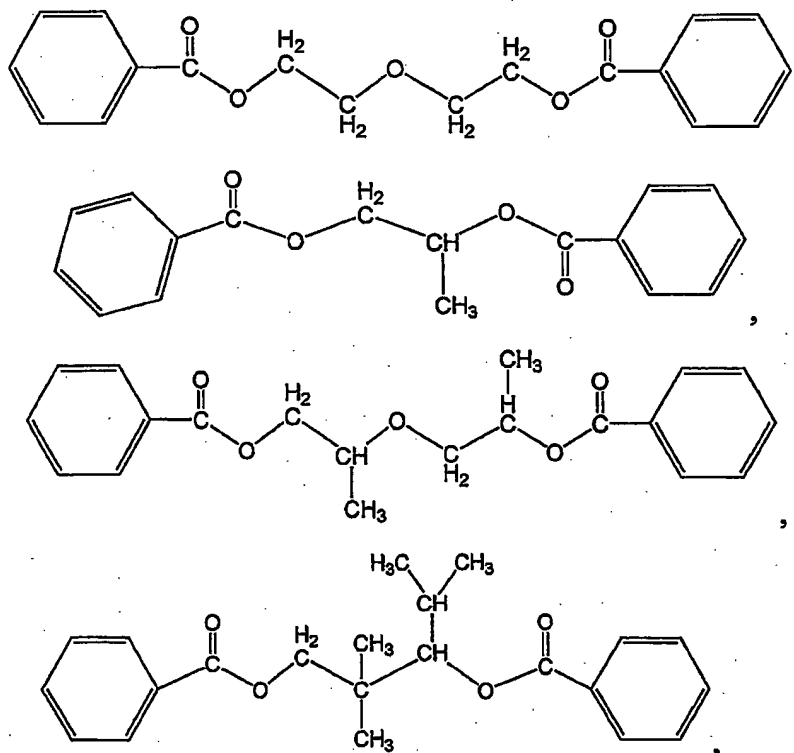
18. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aditivo representa não mais do que aproximadamente 5,0% em peso da mistura espumável e é selecionado de pelo menos um de:

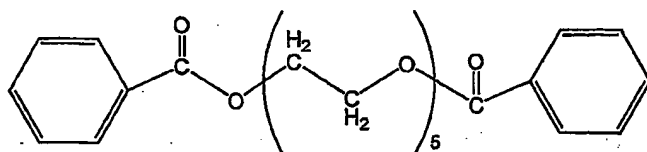




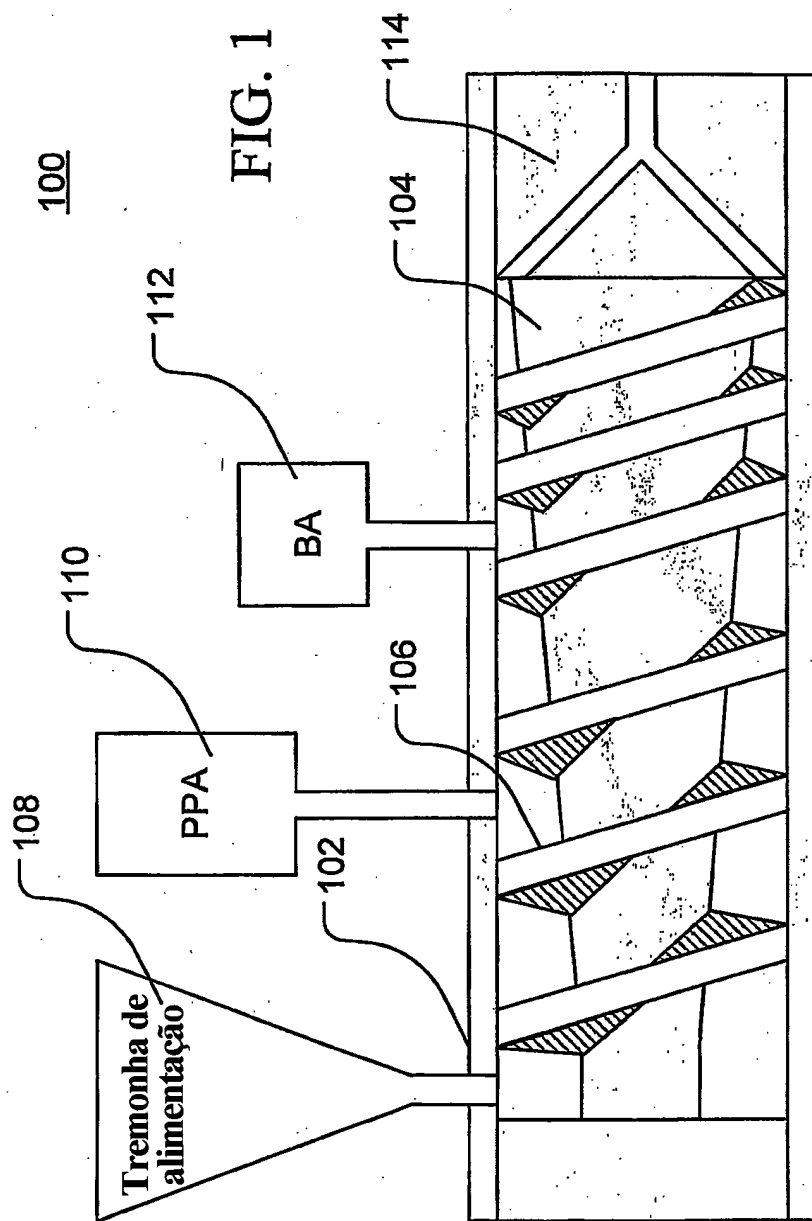
19. Método de fabricar espuma polimérica expandida, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo facto de que o aditivo representa não mais do que aproximadamente 5,0% em peso da mistura espumável e é seleccionado de

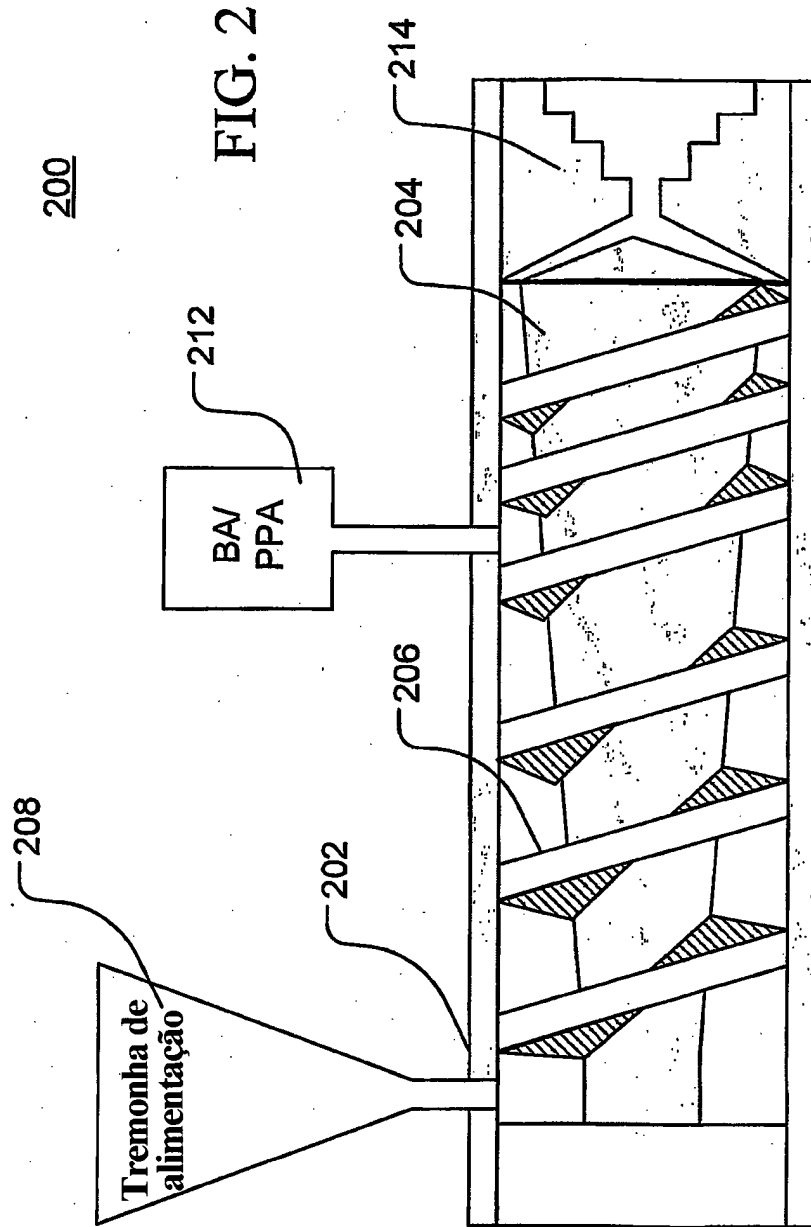
5 pelo menos um de:

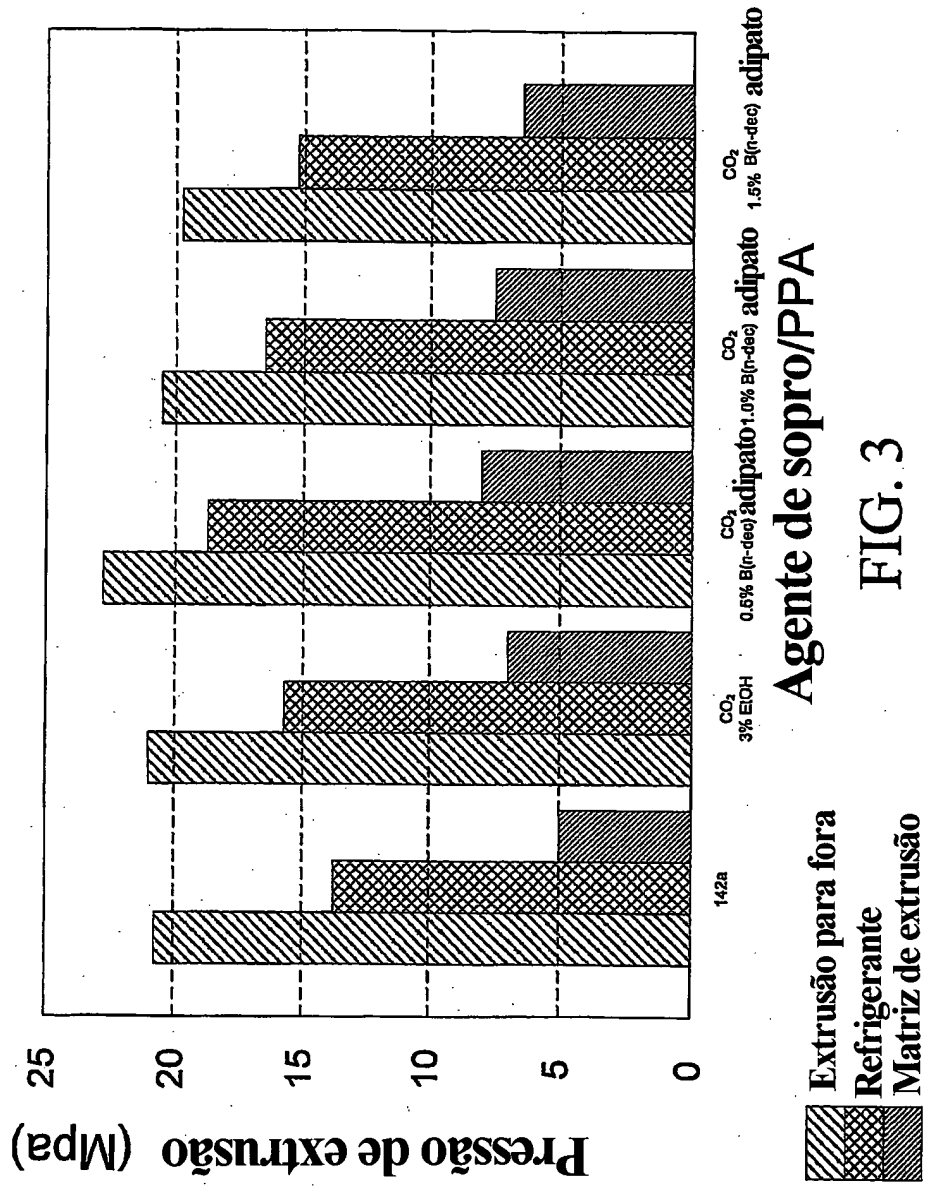




20. Placa de espuma, **CARACTERIZADA** por ser fabricada pelo processo conforme definido na reivindicação 1.







RESUMO

"MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE ESPUMA DE POLIESTIRENO
COM ADITIVOS DE PROCESSAMENTO DE POLÍMERO"

É revelado um método para fabricar espuma de poli-
5 estireno que utiliza um ou mais gases atmosféricos, particu-
larmente CO₂, como o agente de sopro em combinação com um
auxiliar de processamento de polímero (PPA), tipicamente um
éster que é relativamente não volátil na faixa de temperatu-
ra de extrusão. O agente de sopro e o PPA podem ser ambos
10 introduzidos na resina de poliestireno termoplástica fundida
ou o PPA pode ser incorporado nas resinas de poliestireno de
fonte sólida. A espuma resultante estará substancialmente
isenta de agente de sopro residual e dimensionalmente está-
vel em temperaturas ambientes.