



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

(21) **PI0607101-5 A2**

(22) Data de Depósito: 03/02/2006

(43) Data da Publicação: 09/03/2010

(RPI 2044)



(51) *Int.Cl.:*

C08J 9/224 (2010.01)

(54) Título: **PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS DE POLÍMERO DE ESTIRENO EXPANSÍVEL**

(30) Prioridade Unionista: 04/02/2005 DE 10 2005 005 495.1

(73) Titular(es): BASF AKTIENGESELLSCHAFT

(72) Inventor(es): Bernhard Schmied, Gerd Ehrmann, Joachim Ruch, Klaus Hahn, Markus Allmendinger

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006050649 de 03/02/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/082232 de 10/08/2006

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRANULOS DE POLÍMERO DE ESTIRENO EXPANSÍVEL. A invenção refere-se a um processo para a produção de grânulos de polímero de estireno expansível (EPS) revestidos pela extrusão de uma massa fundida de polímero de estireno, que compreende um agente de sopro através de uma placa de bocal com subsequente granulação submersa em água, em que os grânulos de EPS são revestidos com agentes de revestimento que são solúveis, emulsificáveis ou suscetíveis a estarem em suspensão em água no circuito de água do granulador submerso em água.

"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS DE POLÍMERO DE ESTIRENO EXPANSÍVEL"

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

A presente invenção se refere a um processo para a produção de grânulos de polímero de estireno expansível (EPS) revestidos pela extrusão de uma massa fundida de polímero de estireno compreendendo um agente de sopro através de uma placa de bocal com subsequente granulação submersa em água, em que os grânulos de EPS são revestidos com agentes de revestimento que são solúveis, emulsificáveis ou suscetíveis a estarem em suspensão em água no circuito de água do granulador submerso em água.

As partículas de poliestireno expansíveis hidrofobicamente tratadas para isolamento de perímetro são conhecidas, por exemplo, da WO 97/4334 e EP-A 913 423. Os agentes de hidrofobização são, nestes casos, adsorvidos em sílica gel e aplicados nesta forma às partículas de EPS imediatamente após a elaboração e secagem.

É um objeto da presente invenção se verificar um processo simples e barato para revestir uniformemente as partículas de EPS, que pode ser realizado sem adsorção em substâncias de suporte.

Foi, com isso, verificado o processo descrito no início.

Os agentes de revestimento adequados são compostos orgânicos anfífilicos ou hidrofóbicos. Dentre os compostos orgânicos hidrofóbicos, menção particular pode ser feita de ceras de parafina C_{10} - C_{30} , produtos de reação de N-metilolamina e um derivado de ácido graxo, produtos de reação de um álcool C_9 - C_{11} -oxo com óxido de etileno, óxido de propileno ou óxido de butileno de (met)acrilatos de polifluoroalquil ou misturas destes. Estes podem preferivelmente ser usados na forma de emulsões aquosas.

Os agentes de hidrofobização preferidos são ceras de parafina que têm de 10 a 30 átomos de carbono na cadeia de carbono e

preferivelmente têm um ponto de fusão de 10 a 70°C, em particular, de 25 a 60°C. Tais ceras de parafina são compostas, por exemplo, nos produtos BASF comerciais RAMASIT KGT, PERSISTOL E PERSISTOL HP e em AVERSIN HY-N da Henkel e CEROL ZN da Sandoz.

5 Uma outra classe de agentes de hidrofobização consiste de produtos de reação semelhantes a resina de uma N-metilolamina com um derivado de ácido graxo, e.g., uma amida, amina ou álcool de ácido graxo, como são descritos, por exemplo, na US-A 2 927 090 ou GB-A 475 170. Seu ponto de fusão é geralmente de 50 a 90°C. Tais resinas são compostas, por
10 exemplo, no produto BASF comercial PERSISTOL HP e em ARCOPHOB EFM da Hoechst.

 Finalmente, (met)acrilatos de polifluoroalquil, por exemplo, acrilato de poliperfluorooctil, são também adequados. A última substância é composta no produto BASF comercial PERSISTOL O e em OLEOPHOBOL
15 C da Pfersee.

 Os agentes de revestimento anfílicos possíveis são antiestáticos, tais como emulsificante K30 (mistura de alcanossulfonatos de sódio secundários) ou estearatos de glicerina, tais como monoestearato de glicerina GMS ou triestearato de glicerina. Para se produzirem os polímeros
20 de estireno expansíveis de acordo com a presente invenção, o agente de sopro é misturado na massa fundida de polímero. O processo compreende as etapas de a) produção de massa fundida, b) misturação, c) resfriamento, d) transporte e e) granulação. Cada uma destas etapas pode ser realizada por meio dos aparelhos ou combinações de aparelhos conhecidos no
25 processamento de plástico. Para misturação, misturadores estáticos ou dinâmicos, por exemplo, extrusoras, são adequados. A massa fundida de polímero pode ser tomada diretamente de um reator de polimerização ou pode ser produzida diretamente na extrusora de misturação ou em uma extrusora de fusão separada por fusão de grânulos de polímero. O

resfriamento da massa fundida pode ser realizada nos aparelhos de mistura ou em resfriadores separados. Os métodos possíveis de granulação são, por exemplo, granulação debaixo d'água pressurizada, granulação usando facas rotativas e resfriamento por meio de atomização por aspersão de líquido de resfriamento ou granulação de atomização. Os arranjos de aparelho adequados para realizar o processo são, por exemplo:

a) reator de polimerização - misturador estático / resfriador - granulador

b) reator de polimerização - extrusora / resfriador - granulador

10 c) extrusora - misturador estático - granulador

d) extrusora - granulador

A massa fundida de polímero de estireno compreendendo um agente de sopro é geralmente extrudada através da placa de bocal em uma temperatura na faixa de 140 a 300°C, preferivelmente na faixa de 160 a 240°C. O resfriamento para a região da temperatura de transição vítrea não é necessário.

O revestimento dos grânulos de polímero de estireno expansíveis (EPS) obtidos é, de acordo com a presente invenção, efetuado no granulador por meio de agentes de revestimento que são solúveis, emulsificáveis ou suscetíveis a estar em suspensão em água.

Um processo particularmente preferido para produzir polímeros de estireno expansíveis compreende as etapas de:

a) polimerização de monômero de estireno e, se apropriado, monômeros copolimerizáveis,

25 b) degaseificação da massa fundida de polímero de estireno obtida,

c) mistura do agente de sopro e, se apropriado, aditivos na massa fundida de polímero de estireno por meio de misturadores dinâmicos em uma temperatura de pelo menos 150°C, preferivelmente de 180 a 260°C,

d) resfriamento da massa fundida de polímero de estireno compreendendo um agente de sopro em uma temperatura de pelo menos 120°C, preferivelmente 150-200°C,

e) se apropriado, adição de aditivos ou cargas,

5 f) descarga através de uma placa de bocal tendo furos cujo diâmetro no lado da saída da placa de bocal não é maior que 1,5 mm., e

g) granulação da massa fundida compreendendo o agente de sopro diretamente após a placa de bocal debaixo d'água na presença de uma solução, emulsão ou suspensão do agente de revestimento.

10 Uma contra-pressão variável no UWP torna possível se produzir grânulos compactos e parcialmente espumados em um modo sob medida. Em geral, a granulação é realizada em uma pressão na faixa de 1 a 25 bar, preferivelmente de 5 a 15 bar. Mesmo quando os agentes de nucleação forem usados, uma espumação parcial na placa de bocal do UWP
15 permanece controlável.

Os grânulos de EPS são geralmente revestidos com de 0,01 a 0,5% em peso, preferivelmente de 0,1 a 0,3% em peso, em cada caso com base no teor de sólidos, do agente de revestimento. A quantidade de agente de revestimento aplicado pode ser ajustada, por exemplo, através da
20 concentração em circuito de água. O agente de revestimento é geralmente usado no circuito de água do granulador debaixo d'água em quantidades na faixa de 0,05 a 20% em peso, preferivelmente na faixa de 0,1 a 10% em peso, com base no teor de sólidos na água. Para se alcançar uma qualidade de revestimento constante, a concentração do agente de revestimento no circuito
25 de água deve ser mantida constante, por exemplo, por meio de adição medida constante do agente de revestimento correspondente à quantidade realizada através do EPS revestido.

A temperatura do circuito de água no granulador submerso em água deve estar abaixo da temperatura de transição vítrea do polímero de

estireno, de forma que os grânulos de EPS sejam revestidos somente na superfície e não completamente impregnados. A temperatura está preferivelmente na faixa de 5 a 80°C, em particular na faixa de 10 a 60°C.

As partículas de poliestireno expandidas de acordo com a presente invenção podem vantajosamente ser usadas para produzir moldagens que são continuamente expostas a água, e.g., para placas para isolamento de telhado ou isolamento de perímetro, para corpos de flutuação ou materiais de acondicionamento sensíveis à água, tais como caixas de peixe.

As partes e percentagens mostradas nos exemplos são em peso.

A absorção de água foi medida de acordo com DIN 53 433, e a permeabilidade à água foi medida pelo seguinte método: um tubo tendo um diâmetro de 100 mm foi colado em uma placa de espuma tendo uma espessura de 100 mm e foi enchido com uma coluna de água de 100 mm de altura.

Após 24 horas, uma verificação foi feita para determinar se a saída de água pode ser observada no lado de baixo da placa de espuma. A queda no nível de água foi medida em mm. Antes dos experimentos, as placas de espuma foram condicionadas a 60°C em um forno de secagem por 24 horas. Os tubos foram então colados ou por meio de borracha de silicone.

Exemplos

Agentes de revestimento:

Persistol HP = agente de hidrofobização da BASF, emulsão aquosa compreendendo 22,8% de parafina (m.p. 52-54°C) e 9,6% de resina derivada de N-metilolmelamina e estearilamida (m.p. 70°C).

Ramasit KGT = agente de hidrofobização da BASF, emulsão aquosa compreendendo 16,6% de parafina (m.p. 52-54°C)

Plurafac LF = produto de reação de óxido de etileno e óxido

de butileno com um álcool de oxo C₉-C₁₁

Exemplos 1 a 3

Uma massa fundida de poliestireno compreendendo poliestireno tendo um número de viscosidade VN de 75 ml/g (M_w = 185 000 g/mol, polidispersão M_w/M_n = 2,6), no qual 6% em peso de n-pentano, foi usada nos exemplos. A massa fundida compreendendo um agente de sopro tinha sido resfriada de uma temperatura original de 260°C para uma temperatura de 190°C.

A mistura compreendendo massa fundida de polietireno, agente de sopro e retardante de chama foi expressada a 60 kg/h através de uma placa de bocal tendo 32 furos (diâmetro de cada furo: 0,75 mm). Os grânulos compactos tendo uma distribuição de tamanhos estreita foram produzidos com o auxílio de uma instalação de granulação submersa em água pressurizada.

A água de resfriamento da granulação submersa em água estava na forma de uma emulsão aquosa com de 0,5 a 10% em peso do revestimento líquido ou agentes de hidrofobização mostrados na Tabela 1. Para se obter uma qualidade de revestimento constante, foi necessário se manter a concentração do agente de revestimento na constante de água. Isto foi alcançado pela adição medida constante do agente de revestimento em uma quantidade correspondente ao vapor perdido diretamente no circuito de água de circulação por meio de uma bomba de membrana de pistão. As perdas de água foram compensadas por meio de fluxo de entrada apertado diretamente no tanque de água.

Estes grânulos foram pré-espumados em uma corrente de vapor para produzir contas espumadas (20 g/l), armazenados por 24 horas e subsequentemente fundidos por meio de vapor em moldes estanques a gás para produzir corpos espumados.

Experimento Comparativo C1

O experimento comparativo foi realizado como nos exemplos, mas a granulação submersa em água foi realizada sem agente de hidrofobização no circuito de água de circulação.

5

Tabela 1

Exemplo	Agente de hidrofobização [% em peso com base em produto EPS bruto]	Absorção de água [% em volume]	Estanqueidade à água [mm]
C1	-	5,8	28
1	0,1 de Persistol HP	0,9	5
2	0,25 de Persistol HP	0,2	2
3	0,25 de Ramasit KGT	0,2	0,5
4	0,2 de Plurafac LF 120	0,9	9

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de grânulos de polímero de estireno expansível (EPS) revestidos pela extrusão de uma massa fundida de polímero de estireno compreendendo um agente de sopro através de uma placa de bocal com subsequente granulação submersa em água, caracterizado pelo fato de que os grânulos de EPS são revestidos com agentes de revestimento que são solúveis, emulsificáveis ou suscetíveis a estarem em suspensão em água no circuito de água do granulador submerso em água.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que um composto orgânico anfifílico ou hidrofóbico é usado como agente de revestimento.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que uma emulsão aquosa de uma cera de parafina C_{10} - C_{30} , um produto de reação de N-metilolamina e um derivado de ácido graxo ou um (met)acrilato de fluoroalquila ou uma mistura destes é usada como agente de revestimento.

4. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o produto de reação de um álcool C_9 - C_{11} -oxo com óxido de etileno, óxido de propileno ou óxido de butileno é usado como agente de revestimento.

5. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que um antiestático é usado como agente de revestimento.

6. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que um estearato de glicerina é usado como agente de revestimento.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que a quantidade de agente de revestimento no circuito de água do granulador submerso em água está na faixa de 0,05 a 20% em peso, com base no teor de sólidos na água.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que a temperatura do circuito de água no granulação submerso em água está na faixa de 5 a 80°C.

RESUMO

"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS DE POLÍMERO DE ESTIRENO EXPANSÍVEL"

5 A invenção refere-se a um processo para a produção de grânulos de polímero de estireno expansível (EPS) revestidos pela extrusão de uma massa fundida de polímero de estireno, que compreende um agente de sopro através de uma placa de bocal com subsequente granulação submersa em água, em que os grânulos de EPS são revestidos com agentes de revestimento que são solúveis, emulsificáveis ou suscetíveis a estarem em
10 suspensão em água no circuito de água do granulador submerso em água.