



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

(21) PI 0714913-1 A2



* B R P I 0 7 1 4 9 1 3 A 2 *

(22) Data de Depósito: 18/07/2007
(43) Data da Publicação: 09/07/2013
(RPI 2218)

(51) Int.Cl.:
C08F 8/20
C08F 6/10

(54) Título: PROCESSO PARA A RECUPERAÇÃO DE POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICO BROMINADO PELETIZADOS A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE UMA MASSA UNDIDA OU FLUXO DE POLÍMERO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB FORMA PELETIZADA; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS PELETIZADOS, PÉLETES DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO

(30) Prioridade Unionista: 20/07/2006 US 60/832,184, 28/11/2006 US 60/867,548

(73) Titular(es): Albemarle Corporation

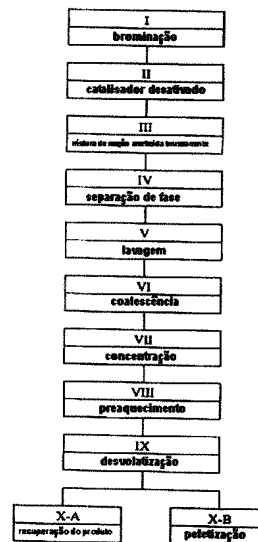
(72) Inventor(es): Arthur G. Mack, Bruce C. Peters, Charles H. Kolich, David A. Lee, Douglas W. Luther, John F. Balhoff, Robert C. Herndon, Jr., Ronny W. Lin

(74) Procurador(es): Araripe & Associados

(86) Pedido Internacional: PCT US2007073805 de 18/07/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/011477 de 24/01/2008

(57) Resumo: PROCESSO PARA A RECUPERAÇÃO DE POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL.; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTERÊNICO BROMINADO PELETIZADOS A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMEROS ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE UMA MASSA FUNDIDA OU FLUXO DE PLÍMERO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA PELETIZADA; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS PELETIZADOS, PÍLETES DE OLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM PLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO. Trata-se da recuperação de um plímero estirênico brominado a partir da solução em um solvente vaporizável convertendo-se a solução em uma extrusora de desvolatilização em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada composta, predominantemente, pelo solvente vaporizável, recuperando-se a massa fundida ou fluxo a partir da extrutura de desvolatilização, e permitindo-se ou fazendo-se com que a massa fundida ou fluxo se silidifique. O plímero brominado solidificado pode ser subdivido em um pó ou sob a forma peletizada. Os péletes assim produzidos apresentam dureza e/ou resistência à deformação aperfeiçoadas junto à formação reduzida de sólidos finos. De preferência utiliza-se um polímero estirênico aniônico brominado neste processo.



“PROCESSO PARA A RECUPERAÇÃO DE POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICO BROMINADO PELETIZADOS A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE UMA MASSA FUNDIDA OU FLUXO DE POLÍMERO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA PELETIZADA; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS PELETIZADOS, PÉLETES DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICOBROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICOBROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO”.

FUNDAMENTOS

As Patentes U.S. Nºs. 5.677.390, 5.686.538, 5.767.203, 5.852.131, 5.852.132, 5.916.978, 6.113.381, 6.207.765, 6.232.393, 6.232.408, 6.235.831, 6.235.844, 6.326.439, e 6.521.714 descrevem tecnologias de processo bastante desejáveis para produção de polímeros estirênicos brominados, como poliestireno brominado tendo as propriedades mais bem conhecidas entre quaisquer polímeros estirênicos brominados previamente conhecidos. Nesta correlação, os termos "polímero estirênico brominado" e "poliestireno brominado" conforme o uso no presente relatório descritivo e nas reivindicações do mesmo se referem a um polímero brominado produzido por brominação de um polímero estirênico preexistente, como poliestireno ou um copolímero de estireno e ao menos outro monômero aromático de vinila, conforme diferenciado de um oligômero ou polímero produzido por oligomerização ou polimerização de um ou mais monômeros estirênicos brominados, sendo que as propriedades dos últimos oligômeros ou polímeros são, tipicamente, diferentes, de modo considerável, do poliestireno brominado em uma série de aspectos. Da mesma forma,

conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, os termos "polímero estirênico aniônico" ou "poliestireno aniônico", termos comumente usados por indivíduos versados na técnica, denotam que o polímero denominado por ter sido produzido através do uso de um iniciador de polimerização aniônico, como um alquil lítio. Os termos "polímero estirênico brominado" e "poliestireno brominado" incluem e são genéricos aos termos "polímero estirênico aniônico brominado" ou "poliestireno aniônico brominado". Esses termos genéricos incluem, também, por exemplo, polímeros estirênicos brominados produzidos por brominação de polímeros estirênicos ou poliestireno constituídos através de polimerização via radical livre.

Conforme indicado nas patentes supramencionadas, o método comum para recuperar polímeros estirênicos brominados da fase líquida da mistura de reação de brominação envolve desativar o meio de arrefecimento brusco aquoso, separar a fase orgânica contendo polímero brominado da fase aquosa, remover a fase orgânica de seu solvente carregando-se, geralmente, a fase orgânica em água fervente onde se precipita o polímero brominado, recuperar o polímero brominado precipitado por uma técnica de separação de líquidos e sólidos, como filtração ou centrifugação, e secar o polímero estirênico brominado resultante finamente dividido. Seria altamente vantajoso se fosse descoberta uma forma de recuperar o polímero estirênico brominado de maneira mais eficaz e menos dispendiosa.

Quando se mistura um polímero estirênico brominado com um polímero termoplástico de substrato de modo que se torne retardador de chama, é desejável que o polímero estirênico brominado esteja sob a forma de péletes, grânulos ou pastilhas. Infelizmente, uma característica de polímeros estirênicos aniônicos brominados, como um poliestireno aniônico brominado, e, até certo ponto, também um polímero estirênico brominado constituído por polimerização via radical livre, consiste em uma tendência a formar quantidades substanciais de pequenas partículas e pós quando realizam-se tentativas para peletizar o produto. Parece que os péletes, a não ser que estejam ligados uns aos outros por um agente de ligação estranho ou similar, tendem, durante a formação, manuseio e/ou embalagem, a se separar e a serem revertidos em pequenas partículas e pós finamente divididos, tipicamente, denominados como "sólidos finos". Devido a esta

característica, vários procedimentos convencionais de peletização ou compactação são inadequados para produzir polímeros estirênicos aniônicos brominados essencialmente isentos de sólidos finos, e que durante o transporte e manuseio permaneçam essencialmente isentos de sólidos finos. Conforme pode ser prontamente avaliado, a existência ou
5 formação de sólidos finos em um produto deste tipo não é somente prejudicial à aparência do produto peletizado, mas, além disso, é indesejado por parte dos consumidores.

Com a finalidade de utilizar, de maneira eficaz, polímeros estirênicos brominados, especialmente polímeros estirênicos aniônicos brominados, como
10 retardadores de chama em certos polímeros termoplásticos, o uso de agentes de ligação ou de outros materiais estranhos para manter a integridade do retardador de chama sob a forma peletizada também é considerado indesejável por parte de alguns consumidores. Portanto, é desejável que seja possível produzir polímeros estirênicos brominados peletizados e puros, especialmente polímeros estirênicos aniônicos brominados, que não
15 formem quantidades indesejáveis de sólidos finos durante sua preparação, embalagem, transporte e manuseio.

Na produção de polímeros estirênicos brominados peletizados, especialmente polímeros estirênicos aniônicos brominados, é importante aperfeiçoar a eficácia da operação e minimizar os custos operacionais. A recuperação e reciclagem de
20 sólidos finos evitam o desperdício de produto e minimiza considerações de descarte de resíduos. No entanto, quanto maior a quantidade de sólidos finos produzida, recuperada e reciclada, menor a taxa de produção de péletes por quantidade de polímero sujeita à peletização. Portanto, seria altamente vantajoso se pudesse encontrar uma maneira de preparar polímeros estirênicos brominados, especialmente polímeros estirênicos aniônicos brominados puros, sob a forma peletizada com uma boa relação custo-benefício, enquanto
25 se evita a formação de quantidades excessivas de sólidos finos, de tal modo que a taxa de produção de péletes de alta qualidade não seja materialmente prejudicada. No caso de polímeros estirênicos aniônicos brominados, seria especialmente desejável se pudesse encontrar uma maneira de produzir grânulos ou pastilhas dos polímeros. Isso permitiria a
30 obtenção de uma série de vantagens importantes no processo, inclusive o processo geral,

o manuseio e o armazenamento do produto, e o transporte do produto, e o uso do produto por parte de um usuário final.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

De acordo com um grupo de modalidades desta invenção, os polímeros
5 estirênicos brominados, e, especialmente, os polímeros estirênicos aniônicos brominados, podem ser recuperados com maior imediatismo e eficiência, e a baixos custos, a partir da solução em um solvente, e, especialmente, a partir da solução no solvente em que eles foram formados, quando comparados ao método comum para recuperação comentado anteriormente.

10 De acordo com outro grupo de modalidades desta invenção, os polímeros estirênicos brominados, especialmente, os polímeros estirênicos aniônicos brominados, podem, agora, ser produzidos e embalados de maneira peletizada e pura essencialmente isenta de sólidos finos. Conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, os termos "péletes", "peletizado", "peletização", *etc.*, se referem a uma quantidade de partículas
15 que, se peneiradas utilizando-se práticas de peneiração convencionais, se encontram na faixa de tamanho que pode passar através de uma tela com um de tamanho de malha padrão norte-americano de cerca de 4 e que são retidas em uma tela com tamanho de malha padrão norte-americano 40. As partículas nesta faixa de tamanho podem ter qualquer formato e, portanto, também podem ser denominadas como grânulos, e, portanto, conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, os termos "péletes"
20 "peletizado", "peletização", *etc.* incluem, respectivamente, "grânulos", "granular", "granulação", *etc.* Devido às cargas eletrostáticas, peneiração incompleta, ou algo do gênero, uma determinada pequena quantidade (por exemplo, menor que cerca de 5%, em peso, com base no peso total dos péletes nesta faixa de tamanho) de partículas mais finas
25 pode permanecer no produto. Conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, o termo "puro" significa que não se adiciona nenhum ingrediente estranho, como aglutinantes (por exemplo, ceras ou outras substâncias poliméricas ou oligoméricas), sais inorgânicos, ou similares, ao polímero estirênico brominado antes ou durante a preparação dos péletes. Ao invés disso, o polímero estirênico brominado contém apenas
30 impurezas residuais que permanecem no polímero brominado após sua preparação.

Além disso, as modalidades preferenciais desta invenção tornam possível, em uma base econômica, os benefícios de evitar a formação de quantidades indesejadas de sólidos finos, visto que apenas quantidades relativamente pequenas de sólidos finos são produzidas na operação, e os péletes puros formados apresentam boa dureza e resistência à deformação. De fato, nos processos preferenciais desta invenção, pequenas quantidades de sólidos finos secos, que podem estar presentes no produto sendo formado, podem ser recuperadas e recicladas na operação sem muitos gastos nem dificuldade.

Outras modalidades particularmente preferenciais desta invenção permitem a produção de polímeros estirênicos aniônicos brominados sob a forma de grânulos ou pastilhas que têm superfícies relativamente lisas e que, portanto, são mais prontamente manuseadas, armazenadas, transportadas, e usadas sem a formação de quantidades indesejadas de sólidos finos.

Em cada uma das modalidades desta invenção, uma "massa fundida de polímero", "fluxo de polímero", "massa fundida" ou "fluxo" é formada a partir de um polímero estirênico brominado, de preferência, um polímero estirênico aniônico brominado, em uma extrusora de desvolatilização. Conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, os termos "massa fundida de polímero", "fluxo de polímero", "massa fundida" ou "fluxo" se referem ao fato de que o polímero estirênico brominado em uma extrusora de desvolatilização se torna uma massa fundida e/ou uma massa suficientemente macia que, posteriormente, prosseguirá (ou seja, fluirá) através do restante da extrusora de desvolatilização (incluindo qualquer extensão que possa ser adicionada à mesma) e uma matriz disposta na extremidade de descarga da máquina sob o empuxo gerado na máquina pela(s) rosca(s) desta. Não importa se, no sentido exato, uma massa fundida verdadeira do polímero estirênico brominado foi formada ou se o polímero estirênico brominado foi meramente amaciado até um ponto em que ele fluirá conforme indicado logo acima.

Conseqüentemente, entre um grupo de modalidades desta invenção, proporcionaram-se processos para recuperação de polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, a partir da solução em um solvente vaporizável, de preferência, um solvente halogenado vaporizável. Esses

processos compreendem converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de viscosidade extrudável composta por polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada composta predominantemente por solvente vaporizável ,

5 recuperar a dita massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto sob a forma de uma massa fundida ou fluxo a partir da extrusora de desvolatilização, e permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo se solidifique. Nas modalidades preferenciais deste grupo, o processo compreende preferencialmente, ainda, subdividir a massa fundida solidificada em uma forma em pó, granular ou peletizada. Alternativamente,

10 ou, além disso, o processo compreende, ainda, recuperar e permitir ou fazer com que a fase gasosa se liquefaça como um solvente vaporizável. De preferência, esse solvente liquefeito é reciclado à medida que o solvente vaporizável é usado na formação de uma solução adicional de polímero estirênico brominado. Nas modalidades particularmente preferenciais deste grupo de modalidades, uma mistura de polímero estirênico brominado e solvente orgânico vaporizável menor que a viscosidade extrudável é convertida em

15 uma mistura de viscosidade extrudável que é, subsequente, processada em uma extrusora de desvolatilização conforme descrito anteriormente neste parágrafo. Esta conversão de menor viscosidade extrudável em viscosidade extrudável é, tipicamente, realizada removendo-se, por exemplo, por destilação ou destilação instantânea, uma

20 quantidade suficiente de solvente orgânico vaporizável, de preferência, um solvente halogenado orgânico vaporizável, a partir da mistura de menor viscosidade extrudável de modo a formar uma mistura de viscosidade extrudável. Nas modalidades especialmente preferenciais deste grupo de modalidades, a mistura de menor viscosidade extrudável é formada brominando-se o polímero estirênico no solvente orgânico

25 vaporizável, de preferência, um solvente orgânico halogenado, e obtendo-se a partir do processo de brominação uma mistura de menor viscosidade extrudável composta por polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo menor que 50%, em peso, e solvente vaporizável, de preferência, um solvente orgânico halogenado. Geralmente, essas misturas de menor viscosidade extrudável são soluções de polímero

30 estirênico brominado tendo um teor de bromo de ao menos 50%, em peso, de preferência,

ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, em um solvente orgânico vaporizável, de preferência, um solvente halogenado orgânico vaporizável. Em algumas modalidades deste grupo de modalidades, utilizam-se formas particulares de conduzir a reação de brominação e/ou operações de desenvolvimento posteriores que levam à formação de uma mistura com menor viscosidade extrudável como operações preliminares. Em algumas das modalidades deste grupo de modalidades, antes do processamento, uma mistura de polímero estirênico brominado e solvente orgânico vaporizável de viscosidade extrudável em uma extrusora de desvolatilização, conforme descrito anteriormente neste parágrafo, esta mistura é submetida a uma filtragem coalescente com a finalidade de remover água aprisionada e dissolver sais que possam estar presentes nesta mistura. Outra operação preferencial que pode ser realizada nas diversas modalidades deste grupo de modalidades consiste em preaquecer a mistura de viscosidade extrudável se ela estiver sob a forma de sólidos a uma temperatura abaixo de cerca de 175°C antes de estar em viscosidade extrudável para processamento em uma extrusora de desvolatilização conforme descrito anteriormente neste parágrafo. Este preaquecimento pode ser realizado em uma seção preaquecedora já associada à extrusora de desvolatilização conforme fabricada ou através do uso de um preaquecedor separado que descarrega seus conteúdos adequadamente preaquecidos na porção de admissão da extrusora de desvolatilização. O preaquecimento deverá elevar a temperatura da mistura, de tal modo que ela possa ser carregada em um estado móvel suavizado, em um estado parcialmente liquefeito, em um estado liquefeito, ou em uma viscosidade extrudável na extrusora de desvolatilização. Além disso, o controle de temperatura no interior da extrusora pode ser realizado pelo desenho da rosca, velocidade da rosca e/ou regulagem da temperatura do barril. Da mesma forma, a extrusora de desvolatilização pode ser dotada de capacidades de resfriamento de modo a evitar um superaquecimento localizado.

Dentre outro grupo de modalidades desta invenção, proporcionaram-se processos para preparação de polímeros estirênicos brominados peletizados tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, a partir do extrudado de uma extrusora de desvolatilização que funciona conforme descrito no parágrafo

imediatamente anterior. As diversas modalidades deste grupo de modalidades utilizam qualquer uma das modalidades descritas no parágrafo imediatamente anterior que envolva o processamento de uma mistura de viscosidade extrudável em uma extrusora de desvolatilização, incluindo cada uma das diversas modalidades descritas no parágrafo

5 imediatamente anterior que envolva uma ou mais operações conduzidas antes desse processamento na extrusora de desvolatilização. Portanto, ao invés de recuperar uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto sob a forma de uma massa fundida ou fluxo a partir da extrusora de desvolatilização, e permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo se solidifique, neste grupo de modalidades, a massa

10 fundida ou fluxo a partir da extrusora de desvolatilização é passado através de uma matriz de modo a produzir um, ou mais de um, filamento emergente de massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado, o(s) filamento(s) é/são permitido(s) ou induzido(s) a se solidificar(em); e o(s) filamento(s) é/são subdivido(s) em péletes solidificados de polímero estirênico brominado. As maneiras preferenciais de processar esse(s)

15 filamento(s) formam modalidades adicionais deste grupo de modalidades da presente invenção.

Ainda outro grupo de modalidades desta invenção envolve um processo de produzir grânulos ou pastilhas de polímero estirênico aniônico brominado puro, tal processo compreende:

- 20 - converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico aniônico brominado e uma fase gasosa separada do dito solvente; e
- formar, a partir da dita massa fundida ou fluxo, um fluxo por carga
- 25 orientado para baixo a partir de ao menos um orifício em uma tubulação ou bocal que se encontra em proximidade a um membro plano corrente resfriado, sendo que o dito membro plano é impenetrável ao líquido de resfriamento e tem uma superfície superior e inferior, desse modo, há um intervalo entre a porção inferior do orifício e a dita superfície superior, de tal modo que ao menos uma porção de uma carga de polímero
- 30 estirênico aniônico brominado puro fundido (i) transponha o dito intervalo e forme um

grânulo ou pastilha individual separado sobre a superfície superior do dito membro plano, ou (ii) se desprender livremente da porção inferior do orifício e caia sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano, sendo que o dito membro corrente é resfriado por uma névoa ou aspersão de líquido de resfriamento que está em contato com a superfície inferior do dito membro plano.

As modalidades anteriores e outras modalidades, características e/ou vantagens desta invenção tornar-se-ão adicionalmente aparentes a partir da descrição subsequente, desenhos e reivindicações em anexo.

Exceto as modalidades que envolvem a preparação de grânulos ou pastilhas a partir de polímeros estirênicos aniônicos brominados, como poliestireno aniônico brominado, em todas as outras modalidades desta invenção, como as denominadas anteriormente e as descritas nas partes que se seguem, os polímeros estirênicos brominados preferenciais são aqueles formados por brominação de polímeros estirênicos formados através de polimerização via radical livre ("polímeros estirênicos de radical livre"). Os polímeros especialmente preferenciais são os polímeros estirênicos brominados formados por brominação de polímeros estirênicos preparados através de polimerização aniônica ("polímeros estirênicos aniônicos"). Entre os polímeros estirênicos de radical livre, o poliestireno isento de borracha formado através de polimerização via radical livre é preferencial ("poliestireno de radical livre"). Entre os polímeros estirênicos aniônicos, o poliestireno isento de borracha formado através de polimerização aniônica é preferencial ("poliestireno aniônico"). Muito embora outros tipos de polímeros estirênicos brominados, como polímeros estirênicos brominados formados por brominação de polímeros estirênicos formados por polimerização catiônica possam ser usados, eles não são preferenciais.

Conforme o uso em questão, incluindo as reivindicações, o termo "viscosidade extrudável" significa que a mistura tem uma viscosidade na faixa de cerca de 5.000 a cerca de 5.000.000 centipoises em 100 segundos recíprocos, enquanto se encontra em uma temperatura na faixa de cerca de 175°C a cerca de 300°C. Essas misturas podem ser induzidas a fluir (por exemplo, por meios de uma bomba adequada) para dentro e

através de uma extrusora de desvolatilização e ser trabalhadas no interior da extrusora de modo a liberar solventes orgânicos vaporizáveis no estado gasoso quando a mistura encontra-se ao menos em uma ou mais temperaturas igual e/ou acima da faixa anterior. O termo "mistura" significa uma mistura de componentes específicos, tal mistura pode estar sob a forma de sólidos, ou, de preferência, sob a forma de ao menos uma fase líquida e que, esteja sob a forma de uma fase líquida ou mais de uma fase líquida, pode ter uma ou mais fases sólidas suspensas nela. Deve-se notar que o termo "viscosidade extrudável" refere-se a uma viscosidade que a mistura alcançará quando for processada no interior da extrusora de desvolatilização. Antes desse processamento, a mistura de viscosidade extrudável não precisa ter estar, e geralmente não está, em viscosidade extrudável.

Em todas as modalidades de processo desta invenção, a mistura de viscosidade extrudável não se encontra, exclusivamente, sob a forma de sólidos, mas, ao invés disso, encontra-se sob a forma de uma massa fluxível viscosa tendo uma fase líquida que pode ter sólidos suspensos ou dispersos na mesma.

Todas as referências neste relatório descritivo ou nas reivindicações subsequentes ao termo "pressão" em relação a uma extrusora de desvolatilização ou seu uso se refere às pressões reduzidas (vácuo) impostas sobre a massa fundida ou fluxo, e não se refere à força exercida sobre a massa fundida ou fluxo pela(s) rosca(s) da extrusora de desvolatilização. Com a finalidade de determinar em qualquer modalidade desta invenção a quantidade de solvente orgânico no polímero, é desejável usar análise de RMN. O resultado apresentará que a massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), e, de preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e, com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico em operação de estado estacionário.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A Figura 1 é um diagrama de blocos que ilustra um processo geral para a preparação e isolamento dos polímeros estirênicos brominados puros peletizados desta invenção.

A Figura 2 é uma vista superior esquemática de um sistema mecânico

adequado para produzir, de acordo com os processos desta invenção, polímeros estirênicos brominados puros peletizados e, de preferência, polímeros estirênicos aniônicos brominados puros peletizados desta invenção.

A Figura 3 é uma vista lateral esquemática do sistema da Figura 2.

5 A Figura 4 é um diagrama de blocos que ilustra um processo geral desta invenção para a preparação de grânulos ou pastilhas de polímeros estirênicos brominados puros.

DESCRIÇÃO DETALHADA ADICIONAL DA INVENÇÃO

ALGUMAS MODALIDADES QUE ENVOLVEM A RECUPERAÇÃO DE

10 *POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS*

A) Processo para recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir da mistura em um solvente orgânico vaporizável, tal processo compreende processar uma mistura de ao menos viscosidade extrudável composta por polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%,
 15 em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, e um solvente orgânico vaporizável, em uma extrusora de desvolatilização de modo a formar uma massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado e uma fase gasosa composta pelo solvente orgânico vaporizável, recuperar a partir da extrusora de desvolatilização essa massa fundida ou fluxo de
 20 polímero estirênico brominado enquanto sob a forma de uma massa fundida ou fluxo, e permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo se solidifique. De preferência, a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), com mais preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais
 25 preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico em operação de estado estacionário da extrusora de desvolatilização. De preferência, a fase gasosa também é recuperada.

B) Processo para recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir da mistura em um solvente orgânico vaporizável, tal processo com preende:

30 - introduzir, continuamente, na porção de admissão de uma extrusora de

desvolatilização operacional, uma mistura de viscosidade extrudável, sendo que a dita mistura compreende polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, e um solvente orgânico vaporizável, sendo que a dita extrusora tem uma porção de admissão e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções fica disposta a montante em relação à outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e

- operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) um fluxo ou massa fundida do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), de preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico em operação de estado estacionário da extrusora de desvolatilização.

C) Processo para recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir da mistura com um solvente vaporizável, de preferência, um solvente halogenado vaporizável, tal mistura é uma mistura de menor viscosidade extrudável, como uma solução contendo na faixa de cerca de 15 a cerca de 40%, em peso, de polímero estirênico aniônico brominado (de preferência, poliestireno aniônico brominado) formada brominando-se até um teor de bromo de cerca de 50%, em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, e

polímero estirênico aniônico, de preferência, poliestireno aniônico tendo um peso molecular ponderal médio por GPC na faixa de cerca de 2.000 a cerca de 200.000, de preferência, na faixa de cerca de 2.000 a cerca de 10.000, e, com mais preferência, na faixa de cerca de 3.000 a cerca de 7.000, sendo que esse processo compreende:

- 5 - concentrar ou converter essa mistura em uma mistura de viscosidade extrudável por destilação, de preferência, por destilação instantânea; e
- utilizar essa mistura de viscosidade extrudável como a alimentação do processo conforme descrito na modalidade A) ou na modalidade B) anteriores.

10 Nas modalidades desta invenção que envolve concentrar ou converter uma mistura precursora, por exemplo, uma solução ou suspensão, de menor viscosidade extrudável utilizando-se destilação ou destilação instantânea com a finalidade de realizar a concentração ou conversão em uma mistura de viscosidade extrudável, várias vantagens são obtidas. Além de introduzir em uma extrusora de desvolatilização uma mistura ou solução mais concentrada destinada à conversão em uma massa fundida ou

15 fluxo de polímero e, portanto, à redução da quantidade de solvente a ser recuperado através da operação da extrusora de desvolatilização, a solução inicial do polímero estirênico brominado é aquecida de modo a realizar a destilação ou destilação instantânea. Portanto, alimentando-se imediatamente a mistura destilada ou instantaneamente destilada de viscosidade extrudável na extrusora de desvolatilização, tal

20 mistura é preaquecida em vigor, reduzindo, assim, a energia térmica total necessária pela extrusora de desvolatilização para converter a mistura em uma massa fundida ou fluxo de polímero. A concentração remove, também, a água com o solvente destilado de tal modo que qualquer solvente orgânico removido na extrusora de desvolatilização seja anidro e adequado para reciclagem direta em brominação sem uma etapa de secagem separada.

25 Além disso, a alimentação anidra à extrusora de desvolatilização é menos corrosiva, devido à ausência de água nessa alimentação. Nas modalidades em que a concentração da mistura de polímero estirênico brominado não é necessária, as mesmas vantagens (exceto pela remoção de água) podem ser obtidas preaquecendo-se a mistura de viscosidade extrudável antes de carregá-la na extrusora de desvolatilização.

30 Da mesma forma, diferentemente do processo de recuperação descrito na

Patente U.S. No. 5,043,421, que exige o uso em uma extrusora de ao menos um não-solvente, como um alanol ou cetona (de maneira específica, metanol, 2-propanol ou acetona), as modalidades de recuperação desta invenção não exigem o uso de nenhum desses não-solventes. Em outras palavras, os processos de recuperação desta invenção, de preferência, não carregam a extrusora de desvolatilização nenhum desses não-solventes, e, de preferência, o extrudado recuperado é desprovido de quantidades detectáveis desses não-solventes alcoólicos ou cetônicos.

*ALGUMAS MODALIDADES QUE ENVOLVEM A FORMAÇÃO DE
POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS PELETIZADOS*

1) Processo para produção de polímeros estirênicos brominados peletizados a partir da mistura em um solvente orgânico vaporizável, tal processo compreende processar uma mistura de ao menos viscosidade extrudável composta por polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, e um solvente orgânico vaporizável, em uma extrusora de desvolatilização de modo a formar uma massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado e uma fase gasosa composta por solvente orgânico vaporizável, recuperar a partir da extrusora de desvolatilização essa massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto sob a forma de uma massa fundida ou fluxo, e converter essa massa fundida ou fluxo em péletes sólidos de polímero estirênico brominado.

2) Processo para produção de polímeros estirênicos brominados peletizados a partir da solução em um solvente vaporizável, tal processo compreende converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de polímero estirênico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos cerca de 67%, em peso, e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada composta predominantemente por solvente orgânico vaporizável, permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto sob a forma de uma

massa fundida ou fluxo passe a partir da extrusora de desvolatilização através de uma matriz, produzindo, assim, filamentos emergentes de massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado, permitir ou fazer com que os ditos filamentos se solidifiquem, e subdividir os filamentos em péletes solidificados de polímero estirênico brominado.

5 3) Processo para produção de polímeros estirênicos brominados peletizados a partir de uma solução em um solvente vaporizável, tal processo compreende:

10 - converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de polímero estirênico brominado, de preferência, uma mistura de polímero estirênico aniônico brominado, e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado, de preferência, uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico aniônico brominado, e uma fase gasosa separada do dito solvente;

15 - extrudar a massa fundida ou fluxo de polímero a partir da extrusora de desvolatilização através de uma matriz de modo a produzir filamento(s) corrente(s) de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero extrudado;

 - permitir e/ou fazer com que esse(s) filamento(s) corrente(s) se solidifiquem e ser rompidos, subdivididos ou, de outra forma, convertidos em péletes do polímero estirênico brominado; e

20 - submeter os péletes à classificação de tamanho com a finalidade de remover e recuperar a partir desse produto (a) partículas de tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto.

25 A primeira etapa mencionada desta modalidade, a etapa de converter uma solução de polímero estirênico brominado em uma massa fundida ou fluxo de polímero de polímero estirênico brominado em uma extrusora de desvolatilização, pode ser, e, de preferência, é, conduzida conforme nas modalidades de recuperação de produto descritas anteriormente. Da mesma forma, preaquecendo-se a solução ou concentrando-se a solução através do uso de destilação instantânea antes de carregar a solução mais concentrada à extrusora de desvolatilização, as vantagens descritas anteriormente de reduzir a quantidade de solvente a ser removido, e reduzir as necessidades de energia
30 térmica da extrusora de desvolatilização com a finalidade de produzir a massa fundida de

polímero ou fluxo de polímero, podem ser obtidas.

Com a exceção das vantagens produzidas por pré-concentração e/ou preaquecimento da solução de polímero estirênico brominado, uma vantagem da modalidade de peletização anterior desta invenção consiste no fato de que é possível usar polímeros estirênicos brominados puros, como polímeros estirênicos aniônicos brominados puros, e, desse modo, formar péletes de polímeros estirênicos brominados puros, como polímeros estirênicos aniônicos brominados puros que apresentam propriedades desejáveis, como dureza e tendências reduzidas de produção de sólidos finos durante a fabricação, manuseio, armazenamento e uso.

4) Processo para preparação de um polímero estirênico brominado sob a forma peletizada, tal processo compreende:

- brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um solvente orgânico vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-

- produtos de haleto de hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;
- arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

- separar as fases (i) e (ii) uma da outra, e, se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) para formar uma mistura de viscosidade extrudável;

- introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e

- operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que, de tal modo que (a) uma massa fundida de polímero fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e possa ser liberado a partir da porção de escape da ao menos uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado a partir do polímero na dita ao menos duas seções são coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor;

- fazer com que a dita massa fundida de polímero ou fluxo de polímero que deixa a extrusora de desvolatilização passe através de uma matriz de modo a produzir um ou mais filamentos contínuos correntes de massa fundida de polímero extrudado ou fluxo de polímero;

- permitir e/ou fazer com que o(s) dito(s) filamento(s) contínuo(s) corrente(s) se solidifique(m) e seja(m) rompido(s), subdividido(s), ou, de outro modo, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado.

ALGUMAS MODALIDADES ADICIONAIS DESTA INVENÇÃO PARA PRODUÇÃO DE PRODUTOS PELETIZADOS

Ainda outras modalidades desta invenção se referem a:

- novos polímeros estirênicos brominados puros peletizados e, de preferência, novos polímeros estirênicos aniônicos brominados puros peletizados tendo uma dureza superior e/ou propriedades de resistência à deformação;

- processos contínuos inusitados destinados à produção de massas fundidas altamente puras ou fluxos de polímero estirênico aniônico brominado (especialmente, poliestireno aniônico brominado), que utilizam como matérias-primas (1) polímero estirênico aniônico (especialmente, poliestireno aniônico), (2) agente de brominação (especialmente, bromo), (3) catalisador de ácido de Lewis (especialmente, catalisador de haleto de alumínio em que os átomos de halogênio são bromo e/ou cloro, e (4) solvente orgânico vaporizável (especialmente, solvente halogenado vaporizável);

- processos contínuos inusitados destinados à produção de péletes altamente puros de polímero estirênico aniônico brominado (especialmente, poliestireno

aniônico brominado), que utilizam como matérias-primas (1) polímero estirênico aniônico (especialmente, poliestireno aniônico), (2) agente de brominação (especialmente, bromo), (3) catalisador de áci do de Lewis (especialmente, catalisador de haleto de alumínio em que os átomos de halogênio são bromo e/ou cloro, e (4) solvente orgânico vaporizável

5 (especialmente, solvente halogenado vaporizável) ;

- novos polímeros estirênicos aniônicos brominados peletizados (especialmente, novos polímeros estirênicos aniônicos brominados puros peletizados), tendo níveis reduzidos de teor de bromo iônico (ou seja, bromo), assim como dureza superior e/ou propriedades de resistência à defor mação.

10 Nas diversas modalidades desta invenção, o extrudado proveniente da extrusora de desvolatilização tem, tipicamente, uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), e, de preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) ppm do solvente orgânico em operação de estado estacionári o e, portanto, tem uma dureza desejável e propriedades de

15 resistência com tendências concomitantes reduzidas de formação de sólidos finos.

ALGUMAS MODALIDADES QUE ENVOLVEM A FORMAÇÃO DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS

Essas modalidades compreendem um processo de produção de grânulos ou pastilhas de polímeros estirênicos aniônicos brominados puros, tal processo compreende:

20 - converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico aniônico brominado e uma fase gasosa separada do dito solvente; e

- formar, a partir da dita massa fundida ou fluxo, um fluxo por carga

25 orientado para baixo a partir de ao menos um orifício em uma tubulação ou bocal que se encontra em proximidade a um membro plano corrente resfriado, sendo que o dito membro plano é impenetrável ao líquido de resfriamento e tem uma superfície superior e inferior, desse modo, há um intervalo entre a porção inferior do orifício e a dita superfície superior, de tal modo que ao menos uma porção de uma carga de polímero

30 estirênico aniônico brominado puro fundido (i) transponha o dito intervalo e forme um

grânulo ou pastilha individual separado sobre a superfície superior do dito membro plano, ou (ii) se desprender livremente da porção inferior do orifício e caia sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano, sendo que o dito membro corrente é
5 resfriado por uma névoa ou aspersão de líquido de resfriamento que está em contato com a superfície inferior do dito membro plano.

Neste processo, o membro plano corrente é, de preferência, uma esteira infinita impermeável ao líquido de resfriamento, como uma esteira de aço infinita. Na operação, ao menos uma porção da carga de polímero estirênico aniônico brominado puro
10 fundido transpõe o intervalo e forma um grânulo ou pastilha individual separada sobre a superfície superior do dito membro plano, ou ao menos uma porção dessa carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido se desprende livremente da superfície inferior do orifício e cai sobre a superfície superior do membro plano e forma um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do membro plano. Também
15 é possível operar de tal modo que (a) ao menos uma porção da dita carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido transponha o dito intervalo e forme um grânulo ou pastilha individual separada sobre a superfície superior do dito membro plano; ou onde (b) ao menos uma porção da dita carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido se desprenda livremente da superfície inferior do orifício e caia
20 sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano; sendo que (a) e (b) ocorrem de maneira alternada ou aleatória.

Muito embora outros líquidos de resfriamento possam ser empregados, a dita névoa ou aspersão de líquido de resfriamento é, de preferência, uma névoa ou
25 aspersão de água de resfriamento. A névoa ou aspersão é, de preferência, aplicada à superfície inferior do dito membro plano abaixo da região na qual o grânulo ou pastilha individual separada é formada sobre a superfície superior do dito membro plano.

Outra modalidade desta invenção consiste em um processo geral para produção de polímeros estirênicos aniônicos brominados sob a forma de i grânulos ou
30 pastilhas de polímero estirênico aniônico brominado puro. Tal processo compreende:

- brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um solvente orgânico vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-produtos de haleto de hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;

5 - arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

 - separar as fases (i) e (ii) uma da outra, e, se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) para
10 formar uma mistura de viscosidade extrudável;

 - introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas
15 seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções;

20 - operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que, de tal modo que (a) uma massa fundida de polímero fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e possa ser liberado a partir da porção de escape da ao
25 menos uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado a partir do polímero na dita ao menos duas seções são coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor;

 - formar, a partir da dita massa fundida de polímero fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero, um fluxo por carga orientado para baixo a partir de ao menos
30 um orifício em uma tubulação ou bocal que se encontra em proximidade a um membro

plano corrente resfriado, sendo que o dito membro plano é impenetrável ao líquido de resfriamento e tem uma superfície superior e inferior, desse modo, há um intervalo entre a porção inferior do orifício e a dita superfície superior, de tal modo que ao menos uma porção de uma carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido (i) transponha o dito intervalo e forme um grânulo ou pastilha individual separado sobre a superfície superior do dito membro plano, ou (ii) se desprender livremente da porção inferior do orifício e caia sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano, sendo que o dito membro corrente é resfriado por uma névoa ou aspersão de líquido de resfriamento que está em contato com a superfície inferior do dito membro plano.

Nesta modalidade, o membro plano corrente é, de preferência, uma esteira infinita impermeável ao líquido de resfriamento, e, com mais preferência, é uma esteira de aço infinita. Além disso, a névoa ou aspersão de líquido de resfriamento é, de preferência, uma névoa ou aspersão de água de resfriamento. A névoa ou aspersão é, de preferência, aplicada à superfície inferior do dito membro plano abaixo da região na qual o grânulo ou pastilha individual separada é formada sobre a superfície superior do dito membro plano.

POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO

Os polímeros estirênicos que são brominados de modo a formar os polímeros estirênicos brominados recuperados e/ou peletizados de acordo com esta invenção consistem em um ou mais homopolímeros e/ou copolímeros de um ou mais monômeros aromáticos de vinila. Os monômeros aromáticos de vinila preferenciais têm a fórmula:



sendo que R é um átomo de hidrogênio ou um grupo alquila tendo de 1 a 4 átomos de carbono e Ar é um grupo aromático (incluindo grupos aromáticos substituídos de anel de alquila) de 6 a 10 átomos de carbono. Exemplos desses monômeros consistem em estireno, alfa-metil estireno, orto-metil estireno, meta-metil estireno, para-metil estireno, para-etil estireno, isopropenil tolueno, vinil naftaleno, isopropenil naftaleno, vinil bifenil, vinil antraceno, os dimetil estirenos e terc-butil

estireno. O poliestireno é o reagente preferencial. Quando o polímero estirênico brominado for produzido por brominação de um copolímero de dois ou mais monômeros aromáticos de vinila, é preferencial que o estireno seja um dos monômeros e que o estireno compreenda ao menos 50%, em peso, e, de preferência, ao menos cerca de 80%, em peso, dos monômeros aromáticos de vinila copolimerizáveis. Os termos "aromático de vinila" e "estirênico" junto ao(s) monômero(s) ou polímero(s) são usados de maneira intercambiável no presente documento.

Os constituintes pendentos aromáticos do polímero de estireno a serem brominados podem ser átomos de bromo ou cloro aqui substituídos ou substituídos, porém, de preferência, não serão assim substituídos. Tipicamente, os polímeros estirênicos aniônicos usados para produzir os polímeros estirênicos aniônicos brominados usados na prática desta invenção terão um peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) na faixa de cerca de 2.000 a cerca de 200.000, de preferência, na faixa de cerca de 3.000 a cerca de 10.000, e, com mais preferência, na faixa de cerca de 3.000 a cerca de 7.000. A polidispersão desses polímeros estirênicos aniônicos estará, tipicamente, na faixa entre 1 e cerca de 4, e, com mais preferência, na faixa entre 1 e cerca de 2. Tipicamente, os polímeros estirênicos produzidos por polimerização via radical livre que são usados para produzir os polímeros estirênicos brominados utilizando-se um processo desta invenção terão um peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) na faixa de cerca de 30.000 a cerca de 500.000, de preferência, na faixa de cerca de 50.000 a cerca de 300.000, e, com mais preferência, na faixa de cerca de 150.000 a cerca de 250.000. A polidispersão desses polímeros de estireno produzidos por polimerização via radical livre estará, tipicamente, na faixa entre 1 e cerca de 10. Todos os valores de M_w e polidispersão anteriores são baseados em técnicas de cromatografia de permeação em gel (GPC) que serão descritas aqui nas partes que se seguem.

Os polímeros que são convertidos em formas peletizadas puras pertencentes à presente invenção consistem em um único polímero estirênico brominado ou uma mistura de dois ou mais polímeros estirênicos brominados, de preferência, um único polímero estirênico aniônico brominado ou uma mistura de dois ou mais polímeros estirênicos aniônicos brominados. As misturas anteriores podem ser apenas de

homopolímeros brominados, apenas copolímeros brominados, ou, ao menos um homopolímero brominado e ao menos um copolímero brominado ou monômero(s) estirênico(s). De maneira desejável, o teor de bromo de todos esses polímeros é de ao menos cerca de 50%, em peso, muito embora os polímeros estirênicos com teores inferiores de bromo possam ser prontamente produzidos pela presente invenção. De preferência, os polímeros destes tipos têm um teor de bromo de ao menos cerca de 60%, em peso, com mais preferência, de ao menos cerca de 64%, em peso, com mais preferência ainda, ao menos cerca de 67%, em peso, e com mais preferência ainda, ao menos cerca de 68%, em peso. Geralmente, o teor máximo de bromo é de cerca de 71%, em peso, sendo que os polímeros tendo um teor máximo de cerca de 70%, em peso, de bromo são mais preferenciais. Conforme entre homopolímeros e copolímeros, os polímeros de poliestireno brominado produzidos por polimerização via radical livre são preferenciais e os polímeros de poliestireno aniônico brominado são mais preferenciais.

Os métodos para produção de polímeros estirênicos por processos de polimerização via radical livre são bem conhecidos na técnica e relatados na literatura. Consulte, por exemplo, a Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, volume 16, John Wiley and Sons, 1989, páginas 46 a 62. Por fins de conveniência, o termo "polímero estirênico produzido radicalmente livre" ou "poliestireno produzido radicalmente livre", seja no singular ou no plural, é usado nas reivindicações para denotar que o polímero ou poliestireno estirênico referidos foram previamente produzidos antes da brominação através do uso de, ou por uso de outra terceira parte de, um processo de polimerização via radical livre. Os métodos para preparação de polímeros estirênicos aniônicos, como poliestireno aniônico também são conhecidos na técnica e relatados na literatura. Consulte, por exemplo, as Patentes U.S. Nos. 3.812.088; 4.200.713; 4.442.273; 4.883.846; 5.391.655; 5.717.040 e 5.902.865, cujas descrições estão aqui incorporadas a título de referência. Descreve-se um método especialmente preferencial na Patente U.S. de propriedade comum No. 6.657.028, concedida em 2 de dezembro de 2003, cuja descrição está aqui incorporada a título de referência.

Os processos de brominação que podem ser usados para produção de um polímero estirênico aniônico brominado são descritos nas Patentes U.S. Nos. 5.677.390;

5.686.538; 5.767.203; 5.852.131; 5.852.132; 5.916.978; 6.133.381; 6.207.765; 6.232.393; 6.232.408; 6.235.831; 6.235.844; 6.326.439 e 6.521.714, cujas descrições estão aqui incorporadas a título de referência.

Em todas as modalidades desta invenção, os polímeros estirênicos brominados preferenciais formados e/ou usados consistem em polímeros estirênicos aniônicos brominados, e entre os polímeros estirênicos aniônicos brominados, o poliestireno aniônico brominado é especialmente preferencial.

As propriedades típicas de um poliestireno brominado desejável comercialmente disponível destinado ao uso na preparação de péletes desta invenção, em que o poliestireno usado foi produzido por polimerização via radical livre, incluem as seguintes:

Aparência/forma – pós ou grânulos branco-sujo formados por compactação de pó

Teor de bromo – 68,5% em peso

15 Tg(°C) - 182

Gravidade específica (@ 23 °C) – 2,15

TGA (instrumentos TA modelo 2950, 10°C/min. sob N₂):

Perda de peso de 1 %, °C - 346

Perda de peso de 5 %, °C - 375

20 Perda de peso de 10 %, °C - 383

Perda de peso de 50 %, °C - 399

Perda de peso de 90 %, °C - 435

Esse poliestireno brominado encontra-se atualmente disponível junto à Albemarle Corporation sob a designação retardador de chama SAYTEX® HP-7010P. Uma forma granular compactada em pó desse poliestireno brominado encontra-se atualmente disponível junto à Albemarle Corporation sob a designação retardador de chama SAYTEX® HP-7010G.

As propriedades típicas de um poliestireno aniônico brominado preferencial destinado ao uso na preparação de péletes desta invenção incluem as seguintes:

30 Aparência/forma – pó branco ou pélete formado através de extrusão de

massa fundida de pó

Teor de bromo - 67 a 71 % em peso

índice de fluidez (220°C. 2,16 kg) - 4 a 35 g/10 min

Tg(°C) - 170

5 Gravidade específica (@ 23°C) - 2,2

TGA (instrumentos TA modelo 2950, 10°C/min. sob N₂):

Perda de peso de 1 %, °C - 361

Perda de peso de 5 %, °C - 386

Perda de peso de 10 %, °C - 394

10 Perda de peso de 50 %, °C - 417

Perda de peso de 90 %, °C - 435

Os métodos para preparação de poliestireno brominado que apresentam as propriedades anteriores são descritos na Patente U.S. No. 6.521.714. O poliestireno aniônico brominado encontra-se atualmente disponível sob a forma de grânulos junto à Albemarle Corporation sob a designação retardador de chama SAYTEX® HP 3010G. Esses grânulos são formados por extrusão de massa fundida de pó e não são preparados pelos processos desta invenção. O retardador de chama SAYTEX® HP 3010P encontra-se sob a forma de pó de poliestireno aniônico brominado produzido pela Albemarle Corporation.

20 *SOLVENTES*

Os solventes presentes nas soluções de polímeros estirênicos brominados usadas nas diversas modalidades desta invenção podem ser qualquer solvente líquido que seja capaz de ser vaporizado a uma temperatura inferior à temperatura em que o polímero estirênico brominado dissolvido no mesmo começaria a se submeter à

25 degradação térmica, e não reaja adversamente com o polímero estirênico brominado dissolvido no mesmo. Tipicamente, o solvente é composto por um ou mais solventes halogenados que têm temperaturas de ebulição abaixo de cerca de 150°C em pressões atmosféricas. Os solventes halogenados típicos são os solventes em que cada átomo de halogênio consiste em um átomo de bromo ou um átomo de cloro, ou em que o solvente

30 contenha ao menos um átomo de bromo e ao menos um átomo de cloro. Os solventes

menos preferenciais são os que contêm um ou mais átomos de halogênio que não sejam átomos de bromo e/ou átomos de cloro. Uma característica desta invenção é que o solvente pode ser o solvente no qual o polímero estirênico brominado foi formado por brominação de um polímero estirênico na presença de um catalisador de ácido de Lewis.

5 Os exemplos ilustrativos desses processos são apresentados nas patentes citadas no início deste relatório descritivo. No entanto, se desejado, um procedimento de troca de solvente pode ser usado para substituir o solvente inicial por um solvente vaporizável diferente em qualquer estágio adequado antes de ser carregado em uma extrusora de desvolatilização. O termo "vaporizável" significam simplesmente, que o solvente deve entrar em ebulição

10 a uma temperatura abaixo da temperatura na qual o polímero estirênico brominado particular dissolvido no mesmo começaria a se submeter a um nível inaceitável de degradação térmica. Naturalmente, esta temperatura varia de caso para caso dependendo de fatores como o tipo de polímero estirênico brominado presente no solvente, o período de tempo que a solução se encontra em uma temperatura de decomposição limítrofe, e as

15 especificações de controle de qualidade impostas ao produto final de polímero estirênico brominado. Exemplos não-limitadores de solventes orgânicos adequados incluem diclorometano, dibromometano, bromoclorometano, bromotriclorometano, clorofórmio, tetracloroeto de carbono, 1,2-dibromoetano, 1,1-dibromoetano, 1-bromo-2-cloroetano, 1,2-dicloroetano, 1,2-dibromopropano, 1-bromo-3-cloropropano, 1-bromobutano, 2-

20 bromobutano, 2-bromo-2-metilpropano, 1-bromopentano, 1-bromo-2-metilbutano, 1-bromoexano, 1-bromopentano, bromocicloexano, e isômeros líquidos, homólogos, ou análogos dos mesmos. Podem-se utilizar misturas líquidas de dois ou mais desses compostos. O bromoclorometano é um solvente particularmente preferencial. Se um procedimento de troca de solvente for usado, esse solvente halogenado pode ser

25 substituído por, por exemplo, um solvente de hidrocarboneto aromático líquido vaporizável.

SECAGEM E CONCENTRAÇÃO DA SOLUÇÃO DE SOLVENTE INICIAL

Nas modalidades desta invenção que envolvem processos para recuperação

30 de polímeros estirênicos brominados como uma massa fundida ou fluxo para uso

subseqüente, e nas modalidades desta invenção que envolvem processos para peletização de polímeros estirênicos brominados onde a solução contém alguma água, é desejável “secar” a solução livrando-a da maior parte, se não essencialmente toda, a água. Por exemplo, quando uma mistura de reação for formada a partir de brominação catalisada de ácido de Lewis de um polímero estirênico em um solvente orgânico adequado, como um solvente de hidrocarboneto ou halocarboneto halogenado, o catalisador é, tipicamente, desativado por um arrefecimento brusco da mistura de reação com uma solução de temperatura aquosa, como a própria água. Após uma fase preparada para separar a fase orgânica do polímero estirênico brominado no solvente orgânico a partir da fase aquosa, tipicamente, alguma água permanece nessa fase orgânica. Com a finalidade de remover tal água, a fase orgânica “úmida” (ou seja, a fase orgânica que contém junto ao polímero estirênico brominado, alguma quantidade residual de água, por exemplo, ca. 1.500 ppm de água), é, de preferência, passada através de um coalescedor de modo que se realize a separação de ao menos uma grande porção da água livre (por exemplo, até um nível de ca. 300 ppm ou menor de água). Se a solução resultante “seca” de polímero estirênico brominado no solvente orgânico contiver menos de cerca de 40%, em peso, de polímero estirênico brominado, essa solução é, de preferência, submetida à destilação, com mais preferência, uma destilação instantânea, para remover o solvente orgânico como uma fase gasosa coletável junto a qualquer água retida pela solução polimérica. Desta maneira, forma-se uma solução orgânica anidra essencialmente concentrada contendo ao menos cerca de 50%, em peso, do polímero estirênico brominado. Essa solução altamente mais concentrada é idealmente adequada para uso como a carga à extrusora de desvolatilização.

A tecnologia para filtração coalescente, incluindo filtração coalescente para separar água de sistemas líquidos orgânicos, é bem conhecida e relatada na literatura, e os sistemas para separação de água de sistemas líquidos orgânicos encontram-se disponíveis a partir de diversos fornecedores comerciais. Os meios de filtro adequados para realizar essas separações incluem fibra de vidro, cerâmicas e areia. O uso de um leito de areia é um meio preferencial para uso nas modalidades da presente invenção em que a filtração coalescente deve ser empregada.

RECUPERAÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS A PARTIR DO SOLVENTE

Nos vários processos desta invenção para recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir de uma solução em um solvente orgânico, alguns desses processos foram descritos anteriormente, o produto inicialmente recuperado a partir da extrusora de desvolatilização encontra-se sob a forma de uma massa fundida ou sob a forma de ao menos uma forma fluxível macia. A massa fundida pode ser resfriada ou deixada resfriar e, então, pode ser convertida (por exemplo, por moldagem) em vários formatos ou configurações para armazenamento ou transporte, ou pode ser pulverizada em forma particulada ou forma de pó fino. Com a finalidade de converter a massa fundida de polímero ou fluxo de polímero diretamente em forma peletizada, o uso da modalidade de processo desta invenção, dedicada à preparação de polímeros estirênicos brominados peletizados, é especialmente preferencial. No entanto, se desejado, o processo de peletização descrito no Pedido de Patente PCT Publicado de Propriedade Comum WO 2005/118245 pode ser usado a partir de polímero estirênico brominado em pó seco já que os péletes produzidos pelo processo são de boa qualidade. No entanto, com base nos resultados de teste disponíveis, os péletes produzidos de acordo com esta invenção são ainda melhores dos que os produzidos de acordo com o WO 2005/118245, especialmente em dureza e/ou alta resistência à deformação.

A recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir de uma solução por uma modalidade desta invenção envolve a seleção e operação de uma extrusora de desvolatilização em uma maneira adequada, tal como a aqui descrita, de tal modo que o solvente seja vaporizado e possa ser, e, de preferência, é, coletado a partir da extrusora. De preferência, o solvente recuperado é reutilizado reciclando-se em um processo no qual o polímero estirênico é brominado utilizando-se um catalisador de ácido de Lewis. Em uma modalidade especialmente preferencial desta invenção, proporciona-se um processo que compreende conduzir a brominação de um polímero estirênico em uma fase líquida mistura de reação sob pressão superatmosférica em um sistema de reação fechado, de tal modo que o co-produto de haleto de hidrogênio gasoso (HX, onde X é um átomo de bromo ou de cloro) não seja liberado a partir do dito sistema de reação fechado

separadamente da mistura de reação até que a reação tenha sido finalizada arrefecendo-se bruscamente a mistura de reação em um meio de t mpera aquoso que destr o catalisador e dissolve o HX que forma  cido hidrobr mico ou se BrCl for usado como o agente de bromina  ,  cido hidroc rico. A fase org nica que cont m o pol mero estir nico brominado e a fase aquosa que cont m o HX s o separadas uma da outra por um procedimento de separa   de fase, tal como a deposi   e escoamento da fase inferior ou remo   da fase superior. De prefer ncia, realizam-se banhos aquosos adicionais com a finalidade de remover mais completamente o HX residual e quaisquer sais inorg nicos que possam estar presentes. Se desejado, a fase org nica pode ser submetida   filtra   coalescente de modo a se obter uma separa   essencialmente completa da fase aquosa da fase org nica. Ap s concentrar a fase org nica que cont m o pol mero estir nico brominado, a fase org nica mais concentrada  , ent o, introduzida em uma extrusora de desvolatiliza  , sendo que o solvente   vaporizado e recuperado, e uma massa fundida ou fluxo de pol mero do pol mero estir nico brominado essencialmente isento de solvente   liberado da extrusora. Nos casos em que o HX na fase aquosa for HBr,   preferencial recuperar posteriormente os valores de bromo da fase aquosa (i) realizando-se a purga de vapor da fase aquosa de modo a remover o solvente org nico residual da fase aquosa e, desse modo, proporcionar um produto de  cido hidrobr mico adequado ao uso ou venda; (ii) convertendo-se o HBr na fase aquosa para bromo elementar; ou (iii) reagindo-se o HBr com uma base met lica aquosa com a finalidade de produzir uma solu   de sal de bromo met lico adequada ao uso ou venda.

Portanto, de acordo com outra modalidade desta inven  , proporciona-se um processo para a prepara   de um pol mero estir nico brominado tendo, tipicamente, um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, e de prefer ncia, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais prefer ncia ainda, ao menos cerca de 67%, em peso, sob a forma de uma massa fundida ou fluxo de pol mero, esse processo compreende:

- brominar um pol mero estir nico sob press o superatmosf rica em um solvente vaporiz vel e na presen a de um catalisador de bromina   de  cido de Lewis, e em um sistema de rea   fechado no qual substancialmente todo o co-produto de haleto de hidr g nio fica retido na mistura de rea  ;

- arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica que contém polímero estirênico brominado dissolvido, e (ii) uma fase aquosa que contém haleto de hidrogênio;

- separar as fases (i) e (ii) uma da outra, utilizando-se filtragem coalescente, se desejado, de modo a se obter uma separação essencialmente completa de fases, e se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) de modo a formar uma mistura de viscosidade extrudável, sendo que essa concentração é, de preferência, realizada utilizando-se destilação ou destilação instantânea;

- introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções fica disposta a montante em relação à outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e

- operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser, e, de preferência, são, coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), de preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico durante a operação de estado estacionário.

O arrefecimento brusco na modalidade anterior pode ser conduzido no reator no qual um lote do polímero estirênico brominado acabou de ser preparado ou, com mais preferência, em um recipiente separado. Quando a brominação for conduzida em uma base contínua, o produto de reação de brominação é continuamente transmitido sob alta pressão em um recipiente ou zona separada e em contato neste recipiente ou zona com um meio de têmpera aquoso, de preferência, água. Durante o arrefecimento brusco, os resíduos catalíticos tendem se acumular na fase aquosa e, essencialmente todo o haleto de hidrogênio é absorvido na água. Após conduzir a separação de fase entre (i) e (ii) na modalidade anterior, e antes de realizar a introdução na porção de admissão de líquidos da extrusora de desvolatilização, é preferencial submeter a fase orgânica de (i) à filtragem coalescente com a finalidade de remover a água aprisionada que contém sal(is) dissolvido(s) da fase orgânica que contém o polímero estirênico brominado.

PRODUÇÃO DE PÉLE TES

Entre as várias modalidades desta invenção encontra-se um processo para produção de polímeros estirênicos brominados peletizados a partir de uma mistura de polímero estirênico brominado e um solvente vaporizável, esse processo compreende:

- formar, opcionalmente, uma mistura de viscosidade extrudável que compreende polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável, de preferência, um solvente halogenado orgânico vaporizável, a partir de uma mistura menos concentrada do mesmo tendo um teor de polímero estirênico brominado de 40%, em peso, ou menor, sendo que o solvente orgânico vaporizável é, de preferência, um solvente halogenado no qual o polímero estirênico brominado foi formado por brominação de um polímero estirênico na presença de um catalisador de ácido de Lewis;

- introduzir continuamente uma mistura de viscosidade extrudável que compreende um polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável, na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que possam ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções fica disposta a

montante em relação à outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções;

- operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e
- 5 condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado forçadamente a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou
- 10 fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser, e, de preferência, são, coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), de preferência, menor que
- 15 cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico durante a operação de estado estacionário.

- fazer com que a massa fundida de polímero ou fluxo de polímero a partir da extrusora de desvolatilização passe através de uma matriz de modo a produzir filamento(s) corrente(s) de massa fundida de polímero extrudada ou fluxo de polímero;

- permitir e/ou fazer com que o(s) filamento(s) corrente(s) se solidifique(m)
- 20 (por exemplo, permitindo-se e/ou induzindo-se uma redução suficiente na temperatura do(s) filamento(s) corrente(s)) e seja(m) rompido(s), subdividido(s), ou, de outra forma, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado (por exemplo, proporcionando-se um sistema a vácuo sob a esteira ou manta com a finalidade de extrair
- 25 ar para baixo sobre e ao redor dos filamentos na manta, e aplicando-se jatos de água para baixo sobre os filamentos que percorrem a esteira ou manta transportadora com força suficiente para induzir ao menos algumas rupturas nos filamentos, sendo que a porosidade da esteira ou manta permite que passe água para baixo através da manta, porém, com porosidade fina o suficiente para reter os filamentos de polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados sobre a esteira ou manta, e permitir e/ou fazer com que os filamentos de
- 30 polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados caiam a partir da esteira ou manta em

um classificador de tamanho, desse modo, o impacto da queda pode fazer com que ocorram certas rupturas adicionais aos pedaços de filamento);

- submeter os péletes à classificação de tamanho (por exemplo, através do uso de técnicas de peneiração adequadas) de modo a remover e recuperar a partir do produto (a) partículas de tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto.

No processo anterior é preferencial coletar as partículas de tamanho exagerado e os sólidos finos que possam resultar a partir da classificação de tamanho e reciclá-los, por exemplo, na porção de admissão de líquidos da extrusora de desvolatilização, até qualquer outra porção de admissão em uma porção a montante dessa extrusora, ou até a massa fundida de polímero ou fluxo de polímero que passa pela matriz de tal modo que as partículas e os sólidos finos se tornem parte da massa fundida de polímero ou fluxo de polímero. Quando se utilizar a primeira etapa adicional anterior, é preferível submeter a solução menos concentrada à destilação instantânea para, desse modo, formar a solução mais concentrada desejada, e, também, reciclar o solvente halogenado coletado pelo aparelho de coleta de vapor da extrusora de desvolatilização como ao menos parte do solvente usado na brominação subsequente do polímero estirênico.

Ainda outra modalidade desta invenção consiste em um processo para produção de polímeros estirênicos brominados peletizados, esse processo compreende:

- carregar uma solução contendo ao menos cerca de 50%, em peso, de polímero estirênico brominado dissolvido em um solvente vaporizável em uma extrusora de desvolatilização que é adaptada e operada para separar o solvente vaporizável do dito polímero e formar, como extrudado, uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero do dito polímero;

- fazer com que o extrudado passe através de uma matriz para, desse modo, formar um ou mais filamentos correntes de polímero estirênico brominado puro fundido, de preferência, polímero estirênico aniônico puro; e

- peletizar esses filamentos permitindo-se e/ou fazendo-se com que esse(s) filamento(s) corrente(s) se solidifique(m) (por exemplo, permitindo-se e/ou induzindo-se

uma redução suficiente na temperatura do(s) filamento(s) corrente(s)) e seja(m) rompido(s), subdividido(s), ou, de outra forma, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado (por exemplo, proporcionando-se um sistema a vácuo sob a esteira ou manta transportadora com a finalidade de extrair ar para baixo sobre e ao redor dos

5 filamentos na manta, e aplicando-se jatos de água para baixo sobre os filamentos que percorrem a esteira ou manta transportadora com força suficiente para induzir ao menos algumas rupturas nos filamentos, sendo que a porosidade da esteira ou manta permite que passe água para baixo através da manta, porém, com porosidade fina o suficiente para reter os filamentos de polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados sobre a esteira ou

10 manta, e permitir e/ou fazer com que os filamentos de polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados caiam a partir da esteira ou manta em um classificador de tamanho, desse modo, o impacto da queda pode fazer com que ocorram certas rupturas adicionais aos pedaços de filamento); e

- submeter os péletes à classificação de tamanho (por exemplo, através do

15 uso de técnicas de peneiração adequadas) de modo a remover e recuperar a partir do produto (a) partículas de tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto.

Ainda outra modalidade desta invenção consiste em um processo para a preparação de um polímero estirênico brominado peletizado tendo, tipicamente, um teor

20 de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, e, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, e, com mais preferência ainda, ao menos cerca de 67%, em peso, sob a forma de uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, esse processo compreende:

- brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um

25 solvente orgânico vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-produtos de haleto de hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;

- arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido tendo um teor de bromo

30 conforme supramencionado e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

- separar essas fases uma da outra, e, de preferência, submeter a fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido a uma filtragem coalescente;

- concentrar a fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido a uma viscosidade adequada para uso em uma extrusora de desvolatilização;

5 - introduzir continuamente a fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções;

15 - operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida de polímero fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser, e, de preferência, são, coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), de preferência, menor que cerca de 5.000 ppm (p/p), e com mais preferência ainda, menor que cerca de 1.000 ppm (p/p) do solvente orgânico em operação de estado estacionário;

- fazer com que a dita massa fundida de polímero ou fluxo de polímero a partir da extrusora de desvolatilização passe através de uma matriz de modo a produzir filamento(s) corrente(s) de massa fundida de polímero extrudado ou fluxo de polímero;

30 - permitir e/ou fazer com que esse(s) filamento(s) corrente(s) se solidifique(m) (por exemplo, permitindo-se e/ou induzindo-se uma redução suficiente na

temperatura do(s) filamento(s) corrente(s)) e seja(m) rompido(s), subdividido(s), ou, de outra forma, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado (por exemplo, proporcionando-se um sistema a vácuo sob a esteira ou manta transportadora com a finalidade de extrair ar para baixo sobre e ao redor dos filamentos na manta, e aplicando-se jatos de água para baixo sobre os filamentos que percorrem a esteira ou manta transportadora com força suficiente para induzir ao menos algumas rupturas nos filamentos, sendo que a porosidade da esteira ou manta permite que passe água para baixo através da manta, porém, com porosidade fina o suficiente para reter os filamentos de polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados sobre a esteira ou manta, e permitir e/ou fazer com que os filamentos de polímeros rompidos, subdivididos ou peletizados caiam a partir da esteira ou manta em um classificador de tamanho, desse modo, o impacto da queda pode fazer com que ocorram certas rupturas adicionais aos pedaços de filamento); e

- submeter os péletes à classificação de tamanho (por exemplo, através do uso de técnicas de peneiração adequadas) de modo a remover e recuperar a partir do produto (a) partículas de tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto.

EXTRUSORA DE DESVOLATILIZAÇÃO

No gerenciamento dos diversos processos desta invenção, extrusoras de desvolatilização comercialmente disponíveis podem ser adaptadas, com sucesso, para uso na prática desses processos. A extrusora pode ter uma configuração de rosca única, configuração de rosca dupla co-giratória ou configuração de rosca dupla contra-giratória. As extrusoras de desvolatilização de rosca dupla engrenadas contra-giratórias são preferenciais. A máquina deve ser equipada com uma porção de admissão de líquidos na porção de alimentação da extrusora e de uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero na porção de descarga da extrusora. Deve-se ter, também, ao longo do comprimento da(s) roca(s) ao menos duas seções de alojamento, e, de preferência, quatro ou mais seções de alojamento, que podem ser independentemente operadas (a) em temperaturas (de preferência, temperaturas ajustáveis) que sejam diferentes umas das outras e (b) pressões (de preferência, pressões ajustáveis) que sejam

diferentes umas das outras. Ao menos algumas das seções intermediárias e a jusante devem ser capazes, e, de preferência, todas as seções devem ser capazes, de proporcionar temperaturas internas altas o suficiente para formar uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero do(s) polímero(s) estirênico(s) brominado(s) que será(ão) usado(s) na máquina. Tipicamente, temperaturas variáveis de até cerca de 350°C serão suficientes. O calor gerado pelo atrito no interior da máquina deve, naturalmente, ser levado em consideração no ajuste das temperaturas dos segmentos ou zonas em que a massa fundida de polímero ou fluxo de polímero estão sendo processados pela máquina. Da mesma forma, ao menos algumas das seções intermediárias e a jusante, e, de preferência, todas as seções, devem ser adaptadas para operar independentemente em pressões reduzidas na faixa de cerca de 1 a cerca de 500 mm de Hg. A extrusora de desvolatilização deve ser usada junto a um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar todos os voláteis formados em cada uma das seções. A inclinação dos elementos de rosca com palhetas frontais deve ser adaptada de modo a proporcionar um fluxo contínuo dos conteúdos da extrusora com a finalidade de maximizar a taxa de produção. Se necessário, ou desejável, devido às características do polímero estirênico brominado particular a ser processado, os elementos de rosca podem conter, também, elementos com palhetas invertidas para uma mistura mais intensa e/ou elementos cilíndricos para criar um lacre. Os fabricantes dessas máquinas podem adaptar o tipo e/ou inclinação das roscas de modo a obterem taxas satisfatórias de fluxo de mistura, visto que elas são dotadas de amostras do polímero estirênico brominado particular a ser processado em uma extrusora de desvolatilização adequada. A operação contínua da extrusora de desvolatilização é o modo especialmente preferencial de operação, embora seja possível praticar ao menos alguns dos processos desta invenção, por exemplo, processos para recuperação de polímeros estirênicos brominados a partir de soluções, como operações em lote.

Pode-se fazer uso de máquinas extrusoras de desvolatilização proporcionadas por fabricantes comerciais desses equipamentos.

Para alguém que não esteja familiarizado com extrusoras, incluindo a extrusora de desvolatilização, com seu desenho e sua operação, pode-se fazer referência a *Polimer Extrusion*, por Chris Rauwendaal 4ª Edição, Hanser Gardner Publications, Inc.,

Cincinnati, Ohio, EUA para outros detalhes conhecidos e disponíveis aos indivíduos versados na técnica. Consulte, também, as Patentes U.S. Nos. 3.082.816 e 4.110.843.

MODALIDADE ILUSTRATIVA DO PROCESSO PREFERENCIAL

Uma extrusora de desvolatilização é operada em perfil adequado de temperatura e pressão de modo a fazer com que o polímero estirênico aniônico brominado fique substancialmente isento de solvente na(s) seção(ões) inicial(is) a montante e se torne ao menos altamente macio, se não fundido, nas seções a montante e/ou a jusante). Portanto, o perfil de temperatura usado variará um pouco dependendo da constituição do polímero estirênico aniônico brominado sendo processado.

O extrudado da máquina é passado através de uma placa de matriz e os filamentos contínuos resultantes são deixados cair sobre uma esteira transportadora porosa em movimento.

Os conteúdos da esteira e quaisquer conteúdos anteriores da esteira transportadora que possam surgir a partir da extremidade da esteira transportadora são induzidos a cair em um classificador que separa os péletes e os sólidos finos uns dos outros. Essa queda sobre o classificador pode, também, fazer com que ocorra alguma ruptura. O classificador pode incluir, por exemplo, uma tela disposta essencialmente horizontal, tal tela é induzida a vibrar longitudinalmente para frente e para trás. Uma máquina particularmente adequada deste tipo consiste em um Classificador Vibratório, tal como o disponível junto à The Witte Company, Inc.

Em uma operação típica, a esteira transportadora usada tem cerca de 4,26 metros (14 pés) de comprimento e é operada a uma velocidade na faixa de cerca de 30,48 a cerca de 60,96 metros/min (100 a cerca de 200 pés/min). O ar forçado e a água utilizados na enevoamento dos filamentos encontram-se, tipicamente, em temperaturas ambientes, porém, podem ser aquecidos se desejado com a finalidade de reduzir o choque térmico. A distância da queda a partir da extremidade da esteira transportadora até a tela do classificador está, tipicamente, na faixa de cerca de 45,72 a cerca de 91,44 centímetros (8 a cerca de 36 polegadas).

Em qualquer um dos processos de peletização adequadamente conduzidos desta invenção que utiliza como a carga à extrusora de desvolatilização uma solução de

50%, em peso, em bromoclorometano de poliestireno aniônico brominado, esse poliestireno aniônico brominado tem um teor de bromo de ao menos 50%, em peso, (de preferência, ao menos 60%, em peso, e, com mais preferência, ao menos 67%, em peso), deve ser possível produzir um produto em que não mais que cerca de 5%, em peso, de preferência, não mais que cerca de 3%, em peso, e, com mais preferência, não mais que cerca de 1%, em peso, são sólidos finos ou poeiras que passam através de uma peneira com um padrão norte-americano No. 40. Portanto, os processos de peletização desta invenção são altamente eficazes; apenas pequenas quantidades desses sólidos finos são coletadas e, de preferência, recicladas na operação de peletização geral.

10 Voltando-se, agora, aos desenhos, a Figura 1 descreve, em formato de diagrama de blocos, muitas das etapas inclusas nas operações de processos preferenciais desta invenção, a partir das quais algumas ou todas as etapas descritas podem ser usadas, dependendo da modalidade particular que for utilizada. A sequência mostrada na Figura 1 é típica, porém, alterações ou adições adequadas podem ser feitas na sequência, como a

15 inserção de etapas de separação, etapas de lavagem, ou outras etapas de processamento similares, não mostradas na Figura 1. Portanto, enquanto a desvolatilização em IX for conduzida, uma modalidade desta invenção pode iniciar em qualquer estágio em ou superior a IX, e estágios superiores e/ou inferiores a IX podem ser inseridos ou omitidos da sequência descrita até que se obtenha um resultado de acordo com a presente

20 invenção. Conforme observado a partir da Figura 1, algumas modalidades desta invenção serão iniciadas em I, brominação de polímero estirênico para formar polímero estirênico brominado. Opcionalmente, o co-produto de haleto de hidrogênio (HBr ou HCl) pode ser removido da mistura de reação. Alternativamente, o co-produto de haleto de hidrogênio é mantido na mistura de reação para servir como um co-solvente. Quando o nível desejado

25 de brominação for obtido, a reação de brominação aromática é finalizada em II, através da adição de uma quantidade adequada de água para desativar o catalisador. Quando o co-produto de haleto de hidrogênio for mantido junto à mistura de reação, desta desativação do catalisador é realizada em um sistema fechado que opera sob pressão de modo a reter o co-produto de haleto de hidrogênio junto à mistura de reação quando essa

30 técnica estiver sendo usada ao invés de expelir e coletar este co-produto anteriormente na

operação. Em ambos os casos, a mistura de reação com todo ou apenas uma porção do co-produto HX é arrefecida bruscamente com água ou água contendo outros componentes, como sulfito de sódio em III. O haleto de hidrogênio pode ser recuperado como ácido hidrobrômico ou ácido hidrocloreto. O uso da sequência de II e III é preferencial. No entanto, é possível eliminar II e conduzir o arrefecimento brusco em III bombeando-se a mistura de reação em água ou sulfito de sódio aquoso. As fases aquosas e orgânicas são separadas em IV. A fase orgânica contendo o polímero estirênico brominado pode, então, ser lavada com uma base aquosa, como uma solução de hidróxido de sódio aquoso em V, com a finalidade de remover HBr e/ou HCl residuais.

Em algumas modalidades preferenciais, é desejável submeter a fase orgânica, que, tipicamente, consiste essencialmente em uma solução de até cerca de 40%, em peso, de polímero estirênico brominado em solvente orgânico somados à alguma água e sais residuais, à filtração coalescente em VI, com a finalidade de remover a água aprisionada e sais dissolvidos a partir da fase orgânica. Em algumas modalidades desta invenção, dá-se continuidade ao processamento dessa fase orgânica. Em outras modalidades, uma fase orgânica que, tipicamente, consiste essencialmente em uma solução de até cerca de 40%, em peso, de polímero estirênico brominado em solvente orgânico e que pode ser submetida ou não à filtração coalescente, é usada como um material de partida destinado à extrusão de desvolatilização. Nesse caso, essa fase orgânica é concentrada em VII, de modo a formar uma mistura de viscosidade extrudável tipicamente por destilação ou destilação instantânea com a finalidade de remover uma porção adequada do solvente orgânico a partir da mistura de fase orgânica. De preferência, o solvente removido da mistura é recuperado para que seja reutilizado. Nas modalidades em que a mistura de fase orgânica inicial consiste em um polímero estirênico brominado com peso molecular suficientemente alto de modo que produza uma mistura que já apresenta uma viscosidade extrudável, pode-se eliminar essa etapa de concentração de VII. Antes do processamento da mistura de viscosidade extrudável para realizar desvolatilização em uma extrusora de desvolatilização, é desejável preaquecer a mistura em VIII. Esse preaquecimento pode ser conduzido em uma extrusora de desvolatilização, se a mesma for equipada com uma seção de preaquecimento, ou em um

recipiente ou zona preaquecedora separada, se a extrusora de desvolatilização não for equipada com uma seção de preaquecimento. Tipicamente, esse preaquecimento facilita a operação da extrusora de desvolatilização, e, portanto, é, de preferência, utilizado no processo.

5 Em algumas modalidades desta invenção, dá-se continuidade ao processamento dessa mistura de viscosidade extrudável após se conduzir V, VI ou VII, enquanto que, em outras modalidades, essa mistura é usada como um material de partida. Neste caso, uma mistura de viscosidade extrudável, de preferência, após ao menos ser formada através da concentração em VII, é processada em uma extrusora de desvolatilização em IX, com a finalidade de formar uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada de solvente orgânico que, de preferência, é recuperado e condensado para reutilização como um solvente. Então, a massa fundida ou fluxo é submetida à recuperação de produto em X-A ou submetida à peletização em X-B, ou uma porção da massa fundida é submetida à recuperação de produto em X-A e outra porção (tipicamente todo o resto da massa fundida ou fluxo) é submetida à peletização em X-B. A recuperação de produto em X-A pode ser tão simples quanto coletar ou recuperar a massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado a partir de uma extrusora de desvolatilização. As Figuras 2 e 3 ilustram uma forma preferencial de realizar a operação de peletização.

20 Reportando-se, agora, a um sistema preferencial que envolve a formação de pélete conforme descrito esquematicamente nas Figuras 2 (vista superior) e 3 (vista lateral), sendo que as referências numéricas similares descrevem partes similares, uma mistura de viscosidade extrudável que compreende um polímero estirênico brominado, de preferência, um polímero estirênico aniônico brominado, contendo, tipicamente, ao menos 25 50%, em peso, de bromo e um solvente, de preferência, um solvente halogenado, é carregada a partir da linha 10 na porção de admissão 12 da extrusora de desvolatilização 11 equipada com uma seção de preaquecimento (não mostrada). Se a extrusora de desvolatilização 11 não for assim equipada, a mistura é, de preferência, carregada em uma zona de preaquecimento separada ou preaquecimento (não mostrada). Em ambos os 30 casos, a mistura é, de preferência, preaquecida até uma temperatura na faixa de cerca de

165 a cerca de 185° C, e, então, processada na extrusora de desvolatilização de tal modo que a mistura seja desvolatilizada, por exemplo, substancialmente isenta de solvente halogenado ou outras substancias voláteis que possam estar presentes, através da aplicação de calor suficiente e pressão reduzida. Dependendo do desenho da extrusora de desvolatilização 11, a maioria das substâncias voláteis pode ser descarregada através de uma abertura localizada na parte posterior da porção de admissão 12. Em qualquer caso, adicionalmente a jusante na extrusora de desvolatilização 11, os conteúdos da extrusora atingem um estado fluxível semi-sólido como uma massa fundida de polímero e/ou um fluxo de polímero do polímero estirênico brominado e a massa fundida ou fluxo é descarregada através da matriz 18, através da qual, os filamentos, tipicamente, filamentos contínuos do polímero são extrudados a partir da matriz sobre a esteira transportadora em movimento 20. No sistema descrito, a esteira 20 é inclinada para cima de tal modo que a extremidade remota da porção superior da esteira fique, tipicamente, cerca de 45,72 a cerca de 91,44 centímetros (cerca de 18 a cerca de 36 polegadas) acima do classificador vibratório 30. O sistema de aspersão genericamente denotado pela referência numérica 33 forma e dispensa uma névoa ou aspersão de água sobre os filamentos de polímeros quentes na porção superior da esteira 20 que está percorrendo na direção mostrada pela seta 35. Os filamentos resfriados são, então, transportados pela esteira 20 sob facas de ar 37,37 que cortam ou quebram ao menos uma porção dos filamentos em péletes. Na parte de baixo da esteira 20 em proximidade ao local das facas de ar 37,37 encontram-se entradas de vácuo 39,39 de um sistema de tubulação de vácuo convencional (não mostrado) que remove água e sólidos finos residuais da parte de baixo da esteira 20. Os péletes resultantes são descarregados na extremidade externa superior da esteira 20 e são influenciados pela força gravitacional sobre superfície superior operacional do classificador 30 que pode ser um classificador vibratório. O impacto da queda pode resultar na formação de péletes adicionais através da ruptura de grandes pedaços que caem a partir da esteira 20. Portanto, os péletes no sistema descrito nas Figuras 2 e 3 são principalmente formados na região que se estende a partir das facas de ar 37, 37 até e incluindo o classificador 30. Os sólidos finos são separados por, e coletados no interior do, classificador 30 que transfere continuamente os péletes restantes após a separação

sobre o dispositivo de transferência 40, como um transportador segmentado ou elevador de caçamba disposto de modo a receber e transportar os péletes para frente e para cima até uma elevação adequada para alimentação dos péletes a um recipiente de embalagem de grande resistência adequado 50, como um recipiente Supersack ou Gaylord. Se alguns sólidos finos forem formados nessa etapa de embalagem devido à ruptura de péletes, os mesmos podem ser minimizados ou eliminados através da redução na altura da queda a partir do dispositivo de transferência até o recipiente de embalagem.

A Figura 4 dos desenhos ilustra uma seqüência preferencial das etapas que utilizam um processo geral desta invenção em que se produzem grânulos ou pastilhas de polímeros estirênicos brominados puros. A descrição anterior relativa à Figura 1 quanto à formação de péletes se aplica igualmente à Figura 4, exceto pela última etapa. Na Figura 4, a última etapa envolve a formação de grânulos ou pastilhas utilizando-se procedimentos e aparelhos adequados.

A combinação da desvolatilização seguida pela formação de grânulos ou pastilhas utilizando um aparelho, tal como se encontra disponível no mercado aberto proporciona uma série de vantagens técnicas e econômicas importantes. Em primeiro lugar, o uso desta combinação de operações elimina a necessidade por um recipiente de precipitação de escala muito grande (por exemplo, 60.566 litros (16.000 galões)) no qual o polímero estirênico aniônico brominado é precipitado a partir da massa de reação em água quente. Da mesma forma, eliminam-se outros itens associados, como uma centrífuga para recuperação de sólidos a partir da fase líquida e um secador de grandes escala para secagem do produto. A eliminação desses equipamentos de grande escala permite, também, que o processo geral seja operado em um espaço mais reduzido. Além disso, os custos operacionais incluindo exigências de energia térmica são significativamente reduzidos, as porções substanciais do solvente usados no processo (ou seja, as provenientes da extrusora de desvolatilização) podem ser recicladas sem necessidade por secagem, e o processo geral tem a capacidade adicional de purgar impurezas voláteis ou co-produtos das extremidades pesadas formadas no processo. Por exemplo, durante operações em lote contínuas ou repetitivas, uma pequena porção do solvente, de preferência, bromoclorometano, se torna convertida em dibromometano e é

altamente vantajoso purgar este material pelo menos periodicamente a partir do solvente que está sendo reciclado no processo.

O demonstrativo do aparelho comercialmente disponível que pode ser adaptado para uso na formação de grânulos ou pastilhas consiste no sistema disponível junto à Kaiser Steel Belt Systems GmbH designado como Pastillation System Rollomat®. O equipamento deste tipo e sua operação não são descritos apenas em materiais promocionais disponíveis junto à Kaiser Steel Belt Systems GmbH, mas, também, nas Patentes U.S. Nos. 5.198.233 e 5.278.132.

PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

Se avaliado necessário ou desejável, qualquer procedimento analítico autorizado, tal como relatado na literatura pode ser empregado na determinação de análises ou propriedades. Em qualquer caso duvidável ou contestado, recomendam-se os seguintes procedimentos:

1) Teor de Bromo – Visto que os polímeros estirênicos brominados apresentam boa solubilidade, ou ao menos satisfatória, em solventes, como tetraidrofurano (THF), a determinação do teor total de bromo para um polímero estirênico brominado é facilmente realizada utilizando-se técnicas de fluorescência de raios-X convencionais. A amostra analisada é uma amostra diluída, digamos que $0,1 \pm 0,05$ g de poliestireno brominado em 60 mL de THF. O espectrômetro XRF pode ser um espectrômetro Phillips PW1480. Utiliza-se uma solução padronizada de bromobenzeno em THF como o padrão de calibração.

2) Resistência à Deformação – O Teste de Resistência à Deformação utiliza um aparelho de compressão Sintech® 1/S (MTS Systems Corporation, Edenprairie, Minnesota, EUA) equipado com um software Testworks, tal software é instalado no aparelho de compressão 1/S fornecido pela MTS Systems Corporation. O aparelho de compressão 1/S inclui uma célula de carga horizontal conectada por meio de interface a um computador, um micrômetro digital também conectado por meio de interface ao computador, e um pistão acionado por rosca vertical que fica disposto acima da célula de carga e adaptado para aplicar uma força descendente perpendicular à célula de carga. O procedimento para medição da resistência à deformação envolve a medição do

comprimento do pélete com o auxílio do micrômetro de modo a proporcionar uma entrada digitalizada ao computador. Depois, o pélete é colocado em sua extremidade sobre a célula de carga com o pistão em contato com a borda superior do pélete. Então, ativa-se o aparelho, desse modo, o pistão começa a aplicar uma força para baixo progressivamente crescente ao pélete. Ao mesmo tempo, a célula de carga mede continuamente a força para baixo aplicada ao pélete, e a entrada dessas medidas é transmitida ao computador. Quando a força aplicada alcançar o ponto em que a quantidade de força diminui repentinamente para 10% da força imediatamente anterior, o pélete alcançou o ponto de ruptura, e a aplicação da força é imediatamente interrompida pelo programa de software. A partir das entradas ao computador, proporcionam-se dois valores, em outras palavras, as libras de força no ponto de ruptura do pélete, e as libras de força por polegada de comprimento do pélete no ponto de ruptura. Portanto, quanto maior for a força aplicada, maior será a resistência à deformação. No teste, 13 péletes são aleatoriamente selecionados e utilizados no teste. A única limitação é que os péletes selecionados devem ter porções de extremidade planas de modo que situem-se diretamente sobre a, e permaneçam verticais na, célula de carga e com a extremidade superior plana encaixada diretamente contra a superfície inferior do pistão.

3) Peso Molecular e Polidispersão – Os valores de peso molecular de polímeros estirênicos são obtidos por GPC utilizando-se uma bomba Waters modelo 510 HPLC e, como detectores, Detectores de Índice Refrativo Waters, Modelo 410 e um Detector de Difusão de Luz disponível junto à Precision Detectors Modelo PD2000, ou equipamentos equivalentes. As colunas são Waters, Styragel, 500 Å, 10.000 Å e 100.000 Å. O autoamostrador é um Shimadzu, Modelo Sil 9A. Rotineiramente, utiliza-se um poliestireno padrão ($M_w = 185.000$) para verificar a precisão dos dados de difusão de luz. O solvente usado é is tetraidrofurano, grau HPLC. O procedimento de teste usado exige dissolver 0,015 a 0,020 g de amostra em 10 mL de THF. Uma alíquota desta solução é filtrada e 50 g L são injetados nas colunas. A separação é analisada utilizando-se um software fornecido pela Precision Detectors para o Detector de Difusão de Luz PD 2000. O instrumento proporciona resultados em termos de peso molecular ponderal médio e, também, em termos de peso molecular numérico médio. Portanto, para se obter um

valor para polidispersão, o valor para o peso molecular ponderal médio é dividido pelo valor do peso molecular numérico médio.

- 4) Com a finalidade de determinar a quantidade de solvente orgânico retida em uma amostra de polímero estirênico brominado, obtêm-se espectros de RMN de próton utilizando-se um instrumento Bruker DPX 400 MHZ para soluções de cerca de 20%, em peso, de polímero estirênico brominado em uma razão de volume entre bissulfeto de carbono e diclorometano- d_2 de 5/2 (um experimento de pulso de 30 graus, 8 varreduras e retardo de pulso de 15 segundos). As integrais do polímero estirênico brominado são obtidas junto à(s) integral(is) para o componente de solvente orgânico. Utilizando-se os valores de peso molecular adequados com tal(is) integral(is), a quantidade do solvente orgânico no polímero é calculado.

PROCESSOS CONTÍNUOS

- Muito embora os processos desta invenção possam ser conduzidos como processos em lote onde uma determinada quantidade de materiais de carga é processada e, então, a operação é fechada, é preferencial conduzir os processos desta invenção em uma base contínua em que apenas periodicamente consiste em uma operação de fechamento por exemplo, para reparo ou manutenção de equipamentos. Os processos contínuos preferenciais desta invenção produzem massas fundidas ou fluxos altamente puros de polímero estirênico brominado via radical livre ou péletes altamente puros de polímero estirênico brominado via radical livre. Os processos contínuos especialmente preferenciais desta invenção produzem massas fundidas ou fluxos altamente puros de polímero estirênico aniônico brominado ou péletes altamente puros de polímero estirênico aniônico brominado. As operações comuns a esses processos contínuos são algumas ou todas as operações descritas no diagrama de blocos na Figura 1.

PÉLETES DA INVENÇÃO

De acordo com esta invenção, os polímeros estirênicos brominados peletizados são produzidos tendo poucas, se existirem, partículas finas ou poeiras.

- Os péletes inusitados desta invenção são compostos por polímeros estirênicos aniônicos brominados puros, de preferência, poliestirenos aniônicos brominados puros, tendo as seguintes características:

A) um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso, de preferência, ao menos cerca de 60%, em peso, com mais preferência, ao menos cerca de 64%, em peso, e, com mais preferência ainda, na faixa de cerca de 67 a cerca de 71%, em peso;

5 B) uma resistência à deformação média no Teste de Resistência à Deformação de ao menos cerca de 1,93 quilo por centímetro quadrado (28 libras por polegada quadrada), e, de preferência, de ao menos cerca de 2,20 quilos por centímetro quadrado (32 libras por polegada quadrada);

10 C) uma faixa de tamanho de partícula em que ao menos cerca de 70%, em peso, e, de preferência, ao menos cerca de 75%, em peso, dos péletes ficam retidos em uma peneira de padrão norte-americano No. 40 e não mais que cerca de 30%, em peso, e, de preferência, não mais que cerca de 25%, em peso, ficam retidos em uma peneira de padrão norte-americano No. 5.

15 Com mais preferência, ao menos cerca de 80%, em peso, com mais preferência ainda, ao menos cerca de 85%, em peso, e, com mais preferência ainda, ao menos cerca de 90%, em peso, dos péletes ficam retidos em uma peneira de padrão norte-americano No. 40 e, respectivamente, com mais preferência, não mais que cerca de 20%, em peso, com mais preferência ainda, não mais que cerca de 15%, em peso, e, com mais preferência ainda, não mais que cerca de 10%, em peso, ficam retidos em uma peneira de
20 padrão norte-americano No. 5.

GRÂNULOS OU PASTILHAS PRODUZÍVEIS ATRAVÉS DO USO DESTA INVENÇÃO

Com a finalidade de simular um processo desta invenção, produziram-se pastilhas e as mesmas foram submetidas a testes para determinação de sua resistência à
25 deformação. Utilizando-se um sistema de pastilhamento Rollormat (Kaiser Steel Belt Systems), o poliestireno aniônico brominado tendo um teor de bromo de aproximadamente 68% e um índice de fluidez a 220°C e carga de 2,16 quilogramas de 4 a 35 gramas por 10 minutos foi submetido à pastilhamento. Formaram-se pastilhas substancialmente uniformes e as mesmas foram solidificadas em uma esteira de aço corrente resfriada por
30 água. Coletou-se uma amostra dessas pastilhas para determinação das propriedades

físicas. Em particular, os testes foram conduzidos para medir tanto a altura de 13 pastilhas aleatoriamente selecionadas produzidas no processo descrito logo acima como a resistência à deformação das pastilhas selecionadas. O aparelho usado nesses testes foi um instrumento Sintech 1/S. O procedimento usado envolveu o seguinte:

- 5 1) selecionar aleatoriamente 13 pastilhas a partir de uma amostra que se submeteu ao teste e medir da altura de cada pastilha a partir de sua base plana até o pico de seu domo;
- 2) colocar uma pastilha sobre a placa de aço não-acolchoada estacionária do instrumento, de tal modo que a superfície plana da pastilha se situe sobre
10 a placa de aço com o pico do domo da pastilha diretamente abaixo da cruzeta móvel do instrumento ao qual se fixa uma célula de carga de 22,68 quilos (50 libras). Encontra-se um eixo cilíndrico fixado à célula de carga, o mesmo é plano em sua extremidade inferior que entrará em contato direto com o pico do domo da pastilha;
- 3) rebaixar a cruzeta em 0,005 centímetro (0,002 polegada) do pico do
15 domo;
- 4) rebaixar a cruzeta através da chave de fenda motorizada do instrumento à taxa de 0,508 centímetro por minuto (0,2 polegada por minuto) até que a pastilha seja deformada, neste ponto a carga máxima é registrada, e a resistência à deformação é calculada em libras por polegada.

20 O procedimento anterior é individualmente repetido com cada uma das 13 pastilhas aleatoriamente selecionadas a partir da amostra de pastilhas que se submeteu ao teste. A resistência à deformação é determinada em cada um dos 13 casos respectivos dividindo-se a carga máxima (em libras) pela altura (em frações de uma polegada) da pastilha respectiva submetida ao teste.

25 A Tabela 1 resume os resultados dos 13 testes individuais, os valores médios obtidos, os desvios-padrão dos valores obtidos, e os valores de mínimo e máximo obtidos no teste. Na Tabela 1, os grânulos ou pastilhas são denominados como pastilhas por fins de economia de espaço. As abreviações e seus significados completos são os seguintes: pol. representa polegadas; lbs. representa libras-força; Med. representa média;
30 DP representa desvio-padrão; Mín. representa mínimo; e Máx. representa máximo.

TABELA 1

Pastilha No.	Altura da Pastilha, polegadas	Carga de Pico Aplicada, libras	Energia para Deformação, lbs/pol
1	0,207	12,97	62,66
2	0,213	7,56	35,49
3	0,219	14,52	66,30
4	0,208	10,23	49,18
5	0,213	9,26	43,47
6	0,199	8,00	40,20
7	0,224	7,34	32,77
8	0,207	14,67	70,87
9	0,200	10,08	50,40)
0	0,214	10,23	47,80
1	0,204	10,00	49,02
2	0,219	7,85	35,84
13	0,220	7,19	32,68
Média	0,211	9,99	47,44
DP	0,008	2,60	12,68
Mín.	0,199	7,19	32,7
Max.	0,224	14,67	70,9

*USO DOS PÉLETES OU DOS GRÂNULOS OU PASTILHAS COMO
RETARDADORES DE CHAMA*

Os péletes desta invenção e os grânulos/pastilhas produzidos de acordo com
5 esta invenção podem ser usados como retardadores de chama em uma ampla gama de
polímeros termoplásticos. Entre esses polímeros estão os poliestirenos termoplásticos,
como tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno, tereftalato de politrimetileno,
tereftalato de policicloexileno, *etc.*; poliamidas termoplásticas, como náilon 6, náilon
6.6, náilon 6.12, *etc.*; policarbonatos; óxidos de polifenileno, como poli(óxido de 2,6-
10 dimetilfenileno); polissulfonas; poliestireno ou outros homopolímeros estirênicos;

copolímeros ou dois ou mais monômeros, como copolímeros de estireno, viniltolueno, etil estireno, terc-butil estireno, -metil estireno, vinilnaftaleno, *etc.*; homopolímeros ou copolímeros vinilaromáticos de borracha modificada (por exemplo, poliestireno de alto impacto); polímeros de acrilato ou metacrilato, como metacrilato de etileno, etilacrilato de etileno, butilacrilato de etileno, poli(metacrilato de metila), *etc.*; copolímeros de vinilacetato de etileno; copolímeros e terpolímeros baseados em acrilonitrila, como acrilonitrila butadieno estireno (ABS) e acrilonitrila estireno (SAN), *etc.*; poliolefinas, como polietileno, polipropileno, poli-(1-butenos), e copolímeros de etileno com um ou mais olefinas de vinila, como propileno, 1-butenos, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno, 1-octeno; e misturas, ligas, ou compósitos de diferentes polímeros, como, por exemplo, uma mistura de poli(óxido de 2,6-dimetilfenileno) e poliestireno, uma mistura de policarbonato e poliestireno, e misturas similares. Os polímeros adicionais que podem retardar chamas através do uso deles junto aos aditivos retardadores de chama peletizados desta invenção incluem copolímeros borrachosos em blocos, como estireno-etileno-etileno-etireno, estireno-etileno-propileno-etireno, estireno-etileno-butileno-etireno, *etc.*; poliuretanos; resinas epóxi; resinas fenólicas; elastômeros, como borracha natural, borracha de butila, GRS, GRN, EPDM, *etc.*; polissiloxanos; e similares. Além disso, o polímero pode ser, onde apropriado, reticulados por meios químicos ou por radiação. Um grande número de polímeros isentos de retardador de chama adequados ao uso na prática desta invenção pode ser obtido a partir de uma série de fontes comerciais.

Um grupo preferencial de polímeros de substrato que pode, de maneira eficaz, retardar chamas através do uso dos péletes desta invenção consiste em poliésteres. Os poliésteres termoplásticos, geralmente denominados como tereftalatos de polialquilenos, são produtos de reação de ácidos dicarboxílicos aromáticos ou derivados reativos dos mesmos, como ésteres ou anidridos de metila, e alifáticos, cicloalifáticos, ou diálifáticos, e misturas desses produtos de reação. Exemplos desses poliésteres termoplásticos incluem tereftalato de polietileno, tereftalato de polipropileno, tereftalato de polibutileno, tereftalato de dimetileno policicloexileno, e copoliésteres relacionados e misturas, incluindo misturas de um ou mais poliésteres termoplásticos com um ou mais outros polímeros termoplásticos, como policarbonatos, e especialmente, policarbonatos

aromáticos.

Os poliésteres termoplásticos preferenciais contêm ao menos 80%, em peso, e, de preferência, ao menos 90%, em peso, com base no componente ácido dicarboxílico, de ácido tereftalático e ao menos 80%, em peso, e, de preferência, ao menos 90%, em peso, com base no componente de diol, de unidades de etileno glicol e/ou 1,4-butanodiol.

Além das unidades de ácido tereftalático, os poliésteres termoplásticos preferenciais podem conter até 20 mol % e, de preferência, até 10 mol % de unidades de outros ácidos dicarboxílicos C₈₋₁₄ aromáticos ou cicloalifáticos ou ácidos dicarboxílicos C₄₋₁₂ alifáticos, como, por exemplo, unidades de ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido dicarboxílico 2,6-napftaleno, ácido dicarboxílico 4,4'-difenil, ácido succínico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido azeláico ou ácido do diacético cicloexano.

Além das unidades de etileno glicol e 1,4-butanodiol, os poliésteres termoplásticos preferenciais podem conter até 20 mol % e, de preferência, até 10 mol % de outros dióis C₃₋₁₂ alifáticos ou dióis C₆₋₁₂ cicloalifáticos, como, por exemplo, unidades de 1,3-propanodiol, 2-etil propano-1,3-diol, neopentil glicol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,4-cicloexano-dimetanol, 3-etilpentano-2,4-diol, 2-metilpentano-2,4-diol, 2,2,3-trimetilpentano-1,3-diol, 2-etilexano-1,3-diol, 2,2-dietilpropano-1,3-diol, 2,5-hexanodiol, 2,2-bis(4-hidróxi-cicloexil)propano, 2,4-diidróxi-1,1,3,3-tetrametil ciclobutano, 2,2-bis[4-(2-hidróxi-etil)fenil]propano, ou 2,2-bis-[4-hidróxi-propóxi)fenil]propano.

Os tereftalatos de polialquileno podem ser ramificados por incorporação de quantidades relativamente pequenas de álcoois triídricos ou tetraídricos ou ácidos carboxílicos tribásicos ou tetrabásicos. Nesta correlação, consulte, por exemplo, a Patente U.S. No. 3.692.744. Exemplos de agentes de ramificação preferenciais consistem em ácido trimésico, ácido trimelítico, trimetilo etano e propano e pentaeritritol.

Os poliésteres termoplásticos particularmente preferenciais são os produzidos exclusivamente a partir de ácido tereftálico ou a partir de um derivado reagente do mesmo, como um dialquil éster, e etileno glicol e/ou 1,4-butanodiol, e misturas desses tereftalatos de polialquileno. As misturas de tereftalato de polialquileno

preferenciais contêm de 1 a 50%, em peso, de tereftalato de polietileno e 99 a 50%, em peso, de tereftalato de polibutileno. As misturas particularmente preferenciais contêm de 1 a 30%, em peso, de tereftalato de polietileno e 99 a 70%, em peso, de tereftalato de polibutileno.

5 De preferência, os tereftalatos de polialquileno usados têm, genericamente, uma viscosidade intrínseca de 0,4 a 1,5 dl/g, de preferência, 0,5 a 1,3 dl/g e, com mais preferência, 0,55 a 1,2 dl/g, conforme medido em fenol/o-
10 diclorobenzeno (1:1 partes em peso) a 25°C utilizando-se um viscosímetro Ubbelohde. O tereftalato de polietileno e o tereftalato de polibutileno nessas faixas de viscosidade intrínseca, e misturas dos mesmos, são mais preferenciais. Conforme é bem conhecido, os fabricantes de resina de engenharia de tereftalato de polietileno compõem seus produtos a partir de PET virgem (tipicamente, 0,55 a 0,70 IV) ou PET aproveitado proveniente de refugo industrial, refugo de película de poliéster, garrafas e, raramente, refugo de fibra de poliéster.

15 Os poliésteres termoplásticos adicionais que podem ser utilizados na prática desta invenção incluem, por exemplo, poliéster-ésteres, misturas ou ligas de poliéster-policarbonato, misturas ou ligas de poliéster-ABS, misturas ou ligas de poliéster-MBS, e poliésteres termoplásticos modificados por impacto.

20 Os tereftalatos de polialquileno podem ser produzidos por métodos conhecidos. Consulte, por exemplo, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, Vol. 11, páginas 62 a 128, John Wiley & Sons, Inc., direitos autorais 1969; e Kirk-Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 4ª Ed., Vol. 19, páginas 609 a 653, John Wiley & Sons, Inc., direitos autorais 1996.

25 Outro grupo de polímeros termoplásticos preferenciais que pode, de maneira eficaz, retardar chamas através do uso dos péletes desta invenção consiste em poliamidas, que são, algumas vezes, denominadas como polímeros de náilon. Esse polímero de substrato de poliamida pode ser qualquer poliamida termoplástica amorfa e/ou parcialmente cristalina, predominantemente alifática/cicloalifática ou parcialmente aromática. Tipicamente, esses materiais são produzidos por processos de
30 policondensação e/ou polimerização de diaminas que sejam predominante ou totalmente

alifáticas ou cicloalifáticas em estrutura, ou que sejam parcial ou totalmente aromáticas em estrutura, e ácidos carboxílicos ou lactamas que sejam predominante ou totalmente alifáticas ou cicloalifáticas em estrutura, ou que sejam parcial ou totalmente aromáticas em estrutura. As aminas típicas usadas na formação de poliamidas incluem diaminas
5 como hexametileno diamina, tetrametileno diamina, 2,2,4- e 2,4,4-trimetil-hexametileno diamina, diaminodiecicloexil metano (isômeros), diaminodiecicloexil propano (isômeros) e isoforono diamina (isômeros), e xilileno diamina. Os materiais também utilizados como materiais de origem consiste em ácidos aminocarboxílicos, como ácido -aminocapróico, ou ácidos -aminocarboxílicos, como ácido -aminoláurico e ácido -aminoundecanóico.
10 Tipicamente, os ácidos carboxílicos usados são ácidos dicarboxílicos alifáticos ou alifáticos-aromáticos misturados tendo menos de 50%, em peso, de constituintes aromáticos, como ácido adípico, ácido 2,2,4- e 2,4,4-trimetiladípico, ácido azeláico, ácido sebáico, ácido decanodicarboxílico, ácido dodecanodicarboxílico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido hexaidrotereftálico, ácido isoftálico e ácido tereftálico.

15 Pode-se utilizar, também, copoliamidas provenientes da maioria dos monômeros conhecidos.

As poliamidas ilustrativas que podem ser usadas na prática desta invenção são as poliamidas como copolímero de náilon 6, náilon 6.6, náilon 6.9, náilon 6.10, náilon 6.12, náilon 11, náilon 12, náilon 12.12, náilon 6/6.6, e náilons de alta
20 temperatura, como náilon 4.6, e náilons parcialmente aromáticos (por exemplo, Ixef poliarilamida PA MXD6 disponível junto à Solvay, Zytel HTN disponível junto à DuPont, e Amodel poliarilamida disponível junto à Solvay). Outras poliamidas que podem ser usadas incluem poliamida modificada Arlen 6T disponível junto à Mitsui Chemicals, Inc., resina de poliamida Genestar PA9T disponível junto à Kuraray
25 Company, poliamida Stanyl 46 disponível junto à DSM, poliamida Vydene 6/66 copolímeros disponível junto à Monsanto, poliamida 612 (Vestamid D disponível junto à Creanova), e poliamidas similares. Entre os vários polímeros de náilon, os polímeros de substrato de náilon 6 e náilon 6.6 são os preferenciais.

A presente invenção também é aplicável a misturas ou ligas termoplásticas
30 de uma ou mais poliamidas como, por exemplo, misturas ou ligas de poliamida-

poliolefina, misturas ou ligas de poliamida-ionômero, misturas ou ligas de poliamida-ABS, misturas ou ligas de poliamida-EPDM, misturas ou ligas de óxido de poliamida-polifenileno, ou poliamidas modificadas por impacto.

Os métodos para produção de polímeros de poliamida são conhecidos e descritos na literatura. Consulte, por exemplo, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, Vol. 10, páginas 460 a 482, John Wiley & Sons, Inc., direitos autorais 1969; e Kirk-Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 4ª Ed., Vol. 19, páginas 559 a 584, John Wiley & Sons, Inc., direitos autorais 1996.

O exemplo a seguir ilustra a prática e vantagens da modalidade desta invenção. Este exemplo não se destina a impor limitações ao escopo genérico desta invenção.

EXEMPLO

A extrusora de desvolatilização usada nesta operação foi uma extrusora de rosca dupla co-giratória Werner & Pfleiderer ZSK-30 30mm. A máquina tinha uma configuração de nove barris com uma razão de L/D igual a 27/1. Localiza-se uma abertura no barril 4, e proporciona-se uma abertura para aplicação de um vácuo de 76,2 centímetros (30 polegadas) no barril 8. Proporcionou-se uma armadilha de redução a vácuo para condensar voláteis que saem pela abertura no barril 4. A máquina foi operada com o seguinte perfil de temperatura: Gargalo de alimentação com água de resfriamento ON, Zona 1 em 140°C, Zona 2 em 180°C, Zona 3 em 220°C, Zona 4 em 240°C. A matriz na porção de escape foi mantida em 230°C. O desenho de rosca proporcionou uma seção de bloco de mistura suave nos barris 5 e 6. As condições operacionais foram de 125 rpm e 30% de torque, com uma temperatura de fusão de 243°C e uma taxa de alimentação de uma solução a 83% de poliestireno aniônico brominado (formado a partir de SAYTEX® HP 3010, Albemarle Corporation) em bromoclorometano (BCM) de 8kg/hora. Dois filamentos foram extrudados em uma esteira transportadora de impulsão de 1,5 metro (5 pés) de comprimento, e carregados por gravidade em um tambor aberto na extremidade da esteira. Colheram-se amostras do tambor aberto. Devido a uma quantidade limitada de material de poliestireno aniônico brominado disponível para esta operação, a máquina foi operada durante cerca de 8 a 10

minutos. O material percorreu suavemente durante a operação. Cerca de 20 a 30 mL de solvente de BCM foram condensados na armadilha de redução a vácuo. Utilizaram-se gelo seco e álcool isopropílico para resfriar a armadilha a vácuo, e isto foi adequado para condensar o BCM mesmo no aspirador de Hg de 76,2 centímetros (30 polegadas) usado. Os péletes desvolatizados de poliestireno aniônico brominado puro produzidos apresentaram uma boa aparência e dureza suficiente para serem colocados em diversos recipientes de armazenamento, sendo que dois destes foram transportados sem uma ruptura de pélete considerável.

O sistema geral utilizado no Exemplo é esquematicamente descrito nas Figuras 2 e 3. Nesse sistema, utilizou-se o seguinte equipamento:

a) Sistema de extrusora de desvolatização 11 equipado e adaptado, conforme descrito no Exemplo.

b) A matriz 18 era uma matriz com 2 orifícios com orifícios de 4 mm de diâmetro.

c) A esteira transportadora 20 era uma esteira Scheer-Bay tendo um comprimento de 4,3 metros (14 pés), uma largura de 38,1 centímetros (15 polegadas), e cilindros de 7,6 centímetros (3 polegadas). A esteira de tela foi inclinada para cima em um ângulo de cerca de 12°.

d) O classificador 30 era uma Classificador Witte modelo no 200.

A distância vertical entre o declive a partir da extremidade da esteira 20 até o topo do classificador 30 era de cerca de 61 centímetros (24 polegadas), e a distância vertical entre a extremidade do dispositivo de transferência 40 e o fundo do recipiente 50 quando vazio era de cerca de 152 centímetros (60 polegadas). A esteira moveu-se a uma taxa de 45,7 a 53,3 metros/minuto (150 a 175 pés/min). A névoa de água foi carregada a uma taxa de cerca de 3,79 litros/minuto (um galão por minuto). As facas de ar foram operadas em uma pressão de 10 a 25 psig e foram dispostas em cerca de 12,7 centímetros (5 polegadas) acima da superfície da esteira transportadora. O vácuo aplicada abaixo da esteira transportadora foi de cerca de 62,3 metros cúbicos por minuto (2.200 pés cúbicos por minuto) e o vácuo foi aplicado diretamente à superfície próxima da esteira transportadora por dois aplicadores de vácuo dispostos transversalmente à esteira, sendo

que o bocal de cada aplicador tem uma área de 114,3 centímetros quadrados (45 polegadas quadradas).

Com a finalidade de ilustrar as propriedades de resistência aperfeiçoadas alcançáveis nos péletes desta invenção, apresentaram-se na Tabela 2 os dados de
5 resistência à deformação dos péletes produzidos por extrusão de desvolatização de uma solução de 60%, em peso, constituída por pó de poliestireno aniônico brominado SAYTEX® HP 3010, Albemarle Corporation) dissolvida em um solvente de bromoclorometano (péletes pertencentes a esta invenção) e dos péletes produzidos não por extrusão de desvolatização da solução, mas, ao invés disso, por extrusão de pó de
10 poliestireno aniônico brominado (SAYTEX® HP 3010, Albemarle Corporation) conforme descrito no Pedido de Patente PCT de publicação comum WO 2005/118245 (péletes não pertencentes a esta invenção), péletes que têm boa qualidade.

Os componentes denominados pelo nome químico ou fórmula em qualquer parte deste relatório descritivo ou nas reivindicações do mesmo, seja referidos no singular
15 ou no plural, são identificados como eles existem antes de entrarem em contato com outra substância denominada pelo nome químico ou tipo químico (por exemplo, outro componente, um solvente, ou *etc.*). Não importam quais alterações químicas preliminares, transformações e/ou reações, se existirem, ocorrem na mistura ou solução resultante como tais alterações, transformações e/ou reações consistem em resultados
20 naturais de colocar os componentes específicos juntos sob condições exigidas de acordo com esta descrição. Portanto, os componentes são identificados como ingredientes que serão colocados juntos em conexão com a realização de uma operação desejada ou na formação de uma composição desejada. Da mesma forma, embora as reivindicações a seguir possam se referir a substâncias, componentes e/ou ingredientes no presente do
25 indicativo ("compreende", "é", *etc.*), faz-se referência à substância, componente ou ingrediente conforme encontra-se no momento logo antes de ser primeiramente contatado, misturado ou misturado com ou mais substância, componentes e/ou ingredientes de acordo com a presente descrição. O fato de que uma substância, componente ou ingrediente pode ter perdido sua identidade original através de uma reação química ou
30 transformação durante o curso de operações de contato, mescla ou mistura, se conduzidas

de acordo com esta descrição e por um químico versado na técnica, tem, portanto, nenhum interesse prático.

Todas as patentes ou outras publicações ou documentos publicados citados em qualquer parte deste relatório descritivo são totalmente incorporados neste relatório
5 descritivo a título de referência, como se fossem completamente apresentados no presente documento.

Exceto onde expressamente indicado em contrário, os artigos “um” ou “uma”, conforme o uso em questão, não são destinados a limitarem, e não devem ser
10 construídos como limitantes de uma reivindicação a um único elemento ao qual o artigo se refere. Ao invés disso, os artigos “um” ou “uma”, conforme o uso em questão, são destinados a abranger um ou mais desses elementos, exceto onde expressamente indicado em contrário.

A presente invenção é susceptível a variações em sua prática. Portanto, a descrição anterior não se destina a limitar, e não deve ser construída como limitante da
15 invenção aos exemplos particulares aqui apresentados.

TABELA 2

Péletes Pertencentes a esta Invenção				Péletes não Pertencentes a esta Invenção			
Amostra	Comprimento, polegadas	Carga de pico, libras	Energia para Deformação, lbs/pol	Amostra	Comprimento, polegadas	Carga de pico, libras	Energia para Deformação, lbs/pol
1	0,190	4,44	23,37	1	0,143	5,06	35,38
2	0,257	6,40	24,90	2	0,206	5,44	26,41
3	0,182	7,79	42,80	3	0,194	2,63	13,56
4	0,304	8,68	28,55	4	0,185	5,93	32,05
5	0,323	8,28	25,63	5	0,229	14,37	62,75
6	0,323	5,51	17,06	6	0,210	5,84	27,81
7	0,280	9,74	34,79	7	0,178	6,73	37,81
8	0,153	10,02	65,49	8	0,191	4,32	22,62
9	0,258	9,80	37,98	9	0,273	4,91	17,99
10	0,254	8,58	33,78	10	0,295	4,45	15,08
11	0,285	9,54	33,47	11	0,354	4,34	12,26
12	0,386	10,75	27,85	12	0,329	3,47	10,55
13	0,473	12,25	25,90	13	0,415	5,34	12,87
					0,		

Média	0,282	8,60	32,43		Média	0,246	5,60	25,16
Desvio-Padrão	0,086	2,16	12,04		Desvio-Padrão	0,081	2,84	14,60

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a recuperação de polímero estirênico brominado a partir da mistura em um solvente orgânico vaporizável, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende converter em uma extrusora de desvolatilização a mistura de polímero estirênico brominado em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada predominantemente composta por um solvente vaporizável, recuperar a dita massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto estiver sob a forma de uma massa fundida ou fluxo a partir da extrusora de desvolatilização, e permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo se solidifique.
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito processo compreende:
introduzir continuamente na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação, uma mistura de viscosidade extrudável, sendo que a dita mistura compreende polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável, sendo que a dita extrusora têm uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e
operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser, e, de preferência, são, coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que

cerca de 10.000 ppm (p/p) do solvente orgânico durante a operação de estado estacionário.

3. Processo para a produção de polímeros estirênico brominado peletizados a partir da mistura em um solvente orgânico vaporizável, **CARACTERIZADO** pelo fato de que
5 compreende converter em uma extrusora de desvolatilização uma mistura de polímero estirênico brominado de viscosidade extrudável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma fase gasosa separada composta predominantemente por solvente vaporizável, recuperar a dita massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado enquanto estiver sob a forma de uma massa fundida ou fluxo a partir da
10 extrusora de desvolatilização, permitir ou fazer com que a dita massa fundida ou fluxo se solidifique, e converter a massa fundida ou fluxo solidificados em péletes.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a dita massa fundida ou fluxo é permitida ou induzida a se solidificar passando-se a dita massa fundida ou fluxo a partir da dita extrusora de desvolatilização através de uma
15 matriz, produzindo, assim, filamentos emergentes de massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado, permitir ou fazer com que os ditos filamentos se solidifiquem, e subdividir os filamentos em péletes solidificados de polímero estirênico brominado.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **CARACTERIZADO** pelo fato de que os ditos filamentos que são permitidos ou induzidos a se solidificarem são permitidos e/ou
20 induzidos a se romperem, subdividirem ou, de outro modo, converterem em péletes do polímero estirênico brominado; sendo que os péletes são submetidos à classificação de tamanho com a finalidade de remover e recuperar a partir desse produto (a) partículas com tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto.

25 6. Processo para a preparação de um polímero estirênico brominado sob a forma de uma massa fundida ou fluxo de polímero, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um solvente orgânico vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um
30 sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-produtos de haleto de

hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;

arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

- 5 separar as fases (i) e (ii) uma da outra, e, se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) para formar uma mistura de viscosidade extrudável;

- introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e
- 10
- 15

- operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização durante a operação de estado estacionário da extrusora contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p) do solvente orgânico usado no processo.
- 20
- 25

7. Processo para a preparação de um polímero estirênico brominado sob a forma peletizada, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

- 30 brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um solvente orgânico

vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-produtos de haleto de hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;

desativar o catalisador com água para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica
5 contendo polímero estirênico brominado dissolvido e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

separar as fases (i) e (ii) uma da outra, e, se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) para formar uma mistura de viscosidade extrudável;

10 introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam
15 diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções;

operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de
20 pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e possa sair a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos
25 duas seções sejam coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor

fazer com que a dita massa fundida de polímero ou fluxo de polímero que deixa a extrusora de desvolatilização passe através de uma matriz para produzir um ou mais filamentos contínuos correntes de massa fundida de polímero extrudada ou fluxo de polímero;

30 permitir e/ou fazer com que esse(s) filamento(s) contínuo(s) corrente(s) se solidifique(m)

e seja(m) rompido(s), subdividido(s) ou, de outro modo, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado.

8. Processo para a produção de polímeros estirênicos brominados peletizados, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

- 5 carregar uma mistura de viscosidade extrudável que compreende polímero estirênico brominado e um solvente vaporizável em uma extrusora de desvolatilização que é adaptada e operada para separar o solvente vaporizável do dito polímero e formar, como extrudado, uma massa fundida de polímero ou fluxo de polímero do dito polímero; fazer com que o extrudado passe através de uma matriz para, desse modo, formar um ou
- 10 mais filamentos correntes de polímero estirênico brominado puro fundido; e peletizar esses filamentos permitindo-se e/ou fazendo-se com que esse(s) filamento(s) corrente(s) se solidifique(m) e seja(m) rompido(s), subdividido(s), ou, de outra forma, convertido(s) em péletes do polímero estirênico brominado; e submeter os péletes à classificação de tamanho de modo a remover e recuperar a partir
- 15 do produto (a) partículas de tamanho exagerado, se existirem, e (b) sólidos finos, se existirem, que possam estar presentes nesse produto

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende, ainda:

- 20 o dito carregamento é conduzido introduzindo-se continuamente uma mistura de viscosidade extrudável que compreende um polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável, na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em temperaturas que sejam diferentes umas das outras,
- 25 e (b) sob pressões que sejam diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; a dita seção que fica disposta a jusante é operada em condições de temperatura maiores e
- 30 condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção

- disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado forçadamente a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor, sendo que a massa fundida ou fluxo desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização contém uma média menor que cerca de 10.000 ppm (p/p), sendo que dita massa fundida de polímero ou fluxo de polímero desse polímero estirênico brominado que saiu pela porção de escape da extrusora de desvolatilização é o extrudado que passa através da dita matriz para, desse modo, formar os ditos um ou mais filamentos correntes de polímero estirênico brominado puro fundido.
10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 6 e 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o polímero estirênico a ser brominado no processo consiste ao menos em um polímero estirênico aniônico tendo um peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) na faixa de cerca de 2.000 a cerca de 200.000 e uma polidispersão por GPC na faixa de 1 a cerca de 2, sendo que o polímero estirênico aniônico brominado formado no dito processo tem um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso.
11. Processo, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) encontra-se na faixa de cerca de 3.000 a cerca de 10.000 e o dito teor de bromo é de ao menos cerca de 60%, em peso.
12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) encontra-se na faixa de cerca de 3.000 a cerca de 7.000 e o dito teor de bromo é de ao menos cerca de 67%, em peso.
13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 6 e 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o polímero estirênico que é brominado no processo consiste em ao menos um polímero estirênico produzido radicalmente livre tendo um peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) na faixa de cerca de 30.000 a cerca de 500.000 e uma polidispersão por GPC na faixa de 1 a cerca de 10, sendo que o polímero estirênico brominado formado no dito processo tem um teor de bromo de ao menos cerca

de 50%, em peso.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) encontra-se na faixa de cerca de 50.000 a cerca de 300.000 e o dito teor de bromo é de ao menos cerca de 60%, em peso.

5 15. Processo, de acordo com a reivindicação 14, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito peso molecular ponderal médio por GPC (M_w) encontra-se na faixa de cerca de 150.000 a cerca de 250.000 e o dito teor de bromo é de ao menos cerca de 67%, em peso.

16. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito polímero estirênico brominado consiste em
10 um polímero estirênico aniônico brominado.

17. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito polímero estirênico brominado consiste em um polímero de poliestireno brominado.

18. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dito polímero estirênico brominado consiste em
15 um polímero de poliestireno aniônico brominado.

19. Péletes de polímero estirênico aniônico brominado puro, **CARACTERIZADOS** pelo fato que apresentam as seguintes características:

- A) um teor de bromo de ao menos cerca de 50%, em peso;
- 20 B) uma resistência à deformação média no Teste de Resistência à Deformação de ao menos cerca de 1,93 quilo por centímetro quadrado (28 libras por polegada quadrada);
- C) uma faixa de tamanho de partícula em que ao menos cerca de 70%, em peso, dos péletes ficam retidos em uma peneira de padrão norte-americano No. 40 e não mais que cerca de 30%, em peso, ficam retidos em uma peneira de padrão norte-americano No. 5.

25 20. Processo para a produção de grânulos ou pastilhas de polímero estirênico aniônico brominado puro, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

converter, em uma extrusora de desvolatilização, uma mistura de polímero estirênico brominado e um solvente orgânico vaporizável em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico aniônico brominado e uma fase gasosa separada do dito solvente; e

30 formar, a partir da dita massa fundida ou fluxo, um fluxo por carga orientado para baixo a

partir de ao menos um orifício em uma tubulação ou bocal que se encontra em proximidade a um membro plano corrente resfriado, sendo que o dito membro plano é impenetrável ao líquido de resfriamento e tem uma superfície superior e inferior, desse modo, há um intervalo entre a porção inferior do orifício e a dita superfície superior, de tal modo que ao menos uma porção de uma carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido (i) transponha o dito intervalo e forme um grânulo ou pastilha individual separado sobre a superfície superior do dito membro plano, ou (ii) se desprender livremente da porção inferior do orifício e caia sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano, sendo que o dito membro corrente é resfriado por uma névoa ou aspersão de líquido de resfriamento que está em contato com a superfície inferior do dito membro plano.

21. Processo para a preparação de um polímero estirênico brominado sob a forma de grânulos ou pastilhas de polímero estirênico aniônico brominado puro,
 15 **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

brominar um polímero estirênico sob pressão superatmosférica em um solvente orgânico vaporizável e na presença de um catalisador de brominação de ácido de Lewis, e em um sistema de reação fechado em que substancialmente todos os co-produtos de haleto de hidrogênio ficam retidos na mistura de reação;

20 arrefecer bruscamente o catalisador para, desse modo, formar (i) uma fase orgânica contendo polímero estirênico brominado dissolvido e (ii) uma fase aquosa contendo haleto de hidrogênio;

separar as fases (i) e (ii) uma da outra, e, se a fase (i) tiver uma viscosidade menor que a viscosidade extrudável, concentrar a fase orgânica de (i) para formar uma mistura de viscosidade extrudável;

25 introduzir continuamente a fase orgânica de (i) ou mistura de viscosidade extrudável na porção de admissão de líquidos de uma extrusora de desvolatilização em operação dotada de uma porção de admissão de líquidos e uma porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e ao menos duas seções que podem ser operadas (a) em
 30 temperaturas que sejam diferentes umas das outras, e (b) sob pressões que sejam

diferentes umas das outras, sendo que uma das ao menos duas seções é disposta a montante em relação a outra das ao menos duas seções, sendo que a extrusora de desvolatilização tem um aparelho de coleta de vapor adaptado para coletar voláteis formados nestas ao menos duas seções; e

- 5 operar a dita seção disposta a jusante em condições temperatura maiores e condições de pressão menores do que as condições de temperatura e pressão da dita seção disposta a montante, de tal modo que (a) uma massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero seja formado no interior da extrusora de desvolatilização e liberado a partir da porção de escape de massa fundida de polímero ou fluxo de polímero, e (b) os voláteis
- 10 compostos predominantemente pelo solvente liberado do polímero nas ditas ao menos duas seções possam ser coletados pelo dito aparelho de coleta de vapor
- formar, a partir da dita massa fundida fluxível ou fluxo de polímero do dito polímero, um fluxo por carga orientado para baixo a partir de ao menos um orifício em uma tubulação ou bocal que se encontra em proximidade a um membro plano corrente
- 15 resfriado, sendo que o dito membro plano é impenetrável ao líquido de resfriamento e tem uma superfície superior e inferior, desse modo, há um intervalo entre a porção inferior do orifício e a dita superfície superior, de tal modo que ao menos uma porção de uma carga de polímero estirênico aniônico brominado puro fundido (i) transponha o dito intervalo e forme um grânulo ou pastilha individual separado sobre a superfície superior
- 20 do dito membro plano, ou (ii) se desprender livremente da porção inferior do orifício e caia sobre a superfície superior do dito membro plano e forme um grânulo ou pastilha individual sobre a superfície superior do dito membro plano, sendo que o dito membro corrente é resfriado por uma névoa ou aspensão de líquido de resfriamento que está em contato com a superfície inferior do dito membro plano.

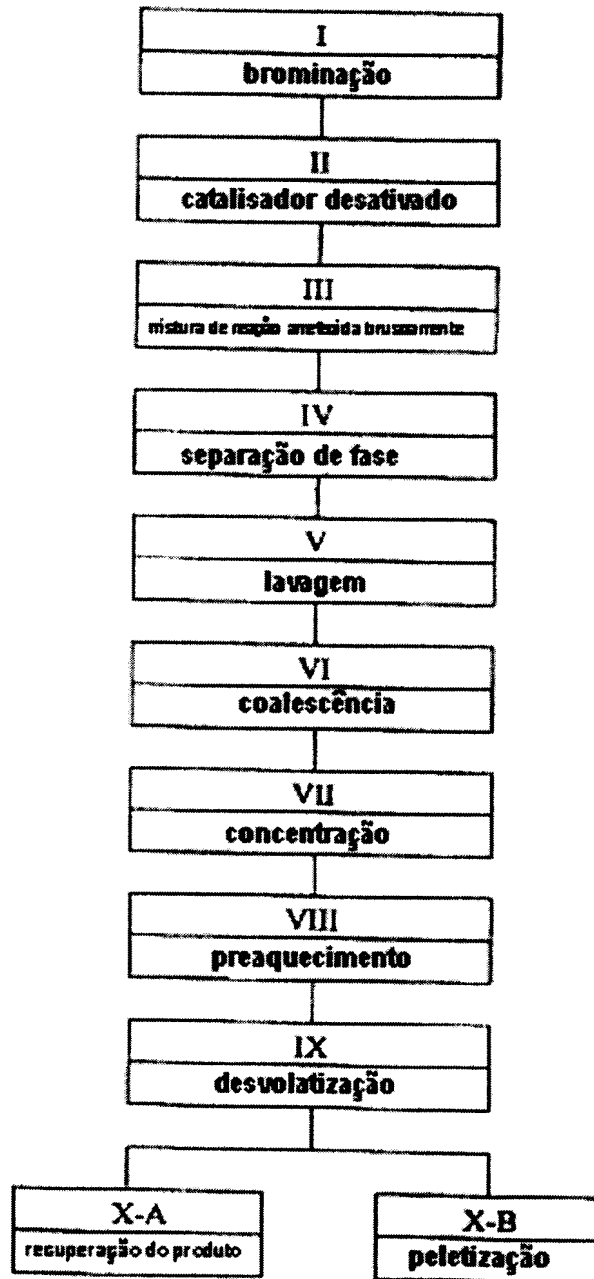


Fig. 1

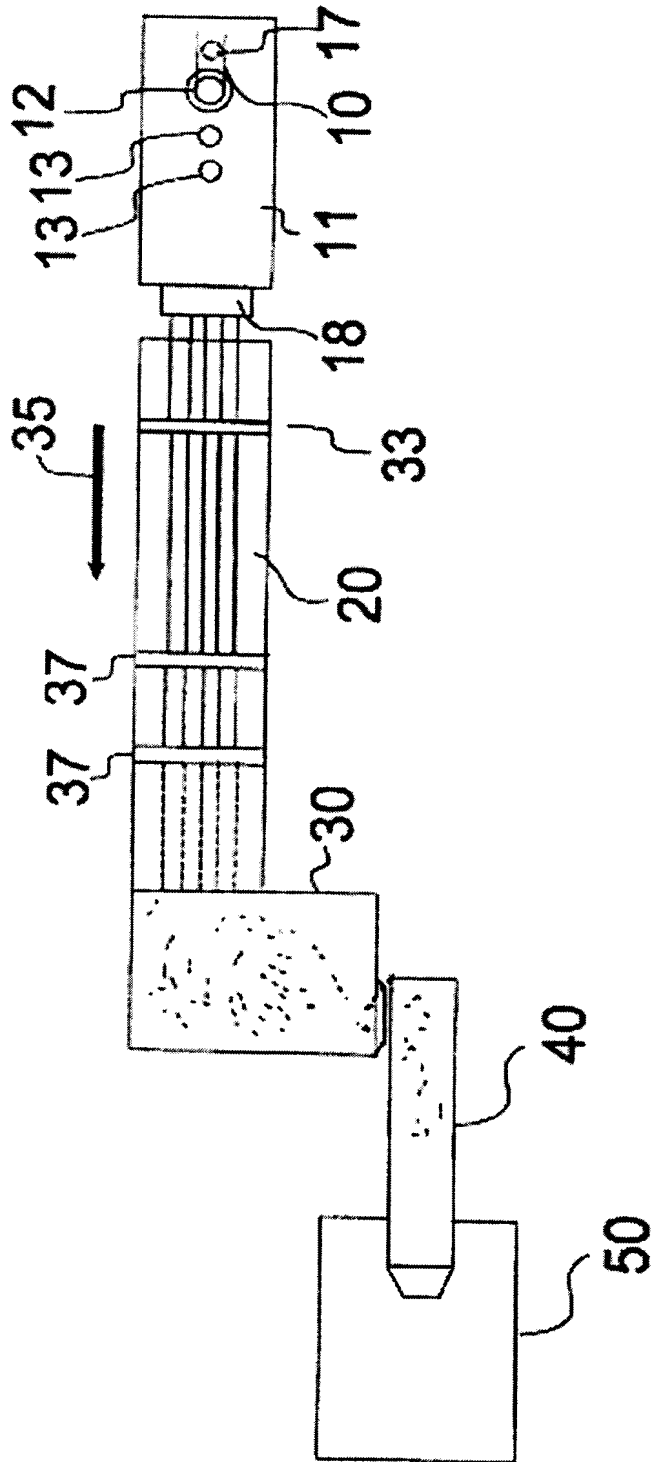


Fig. 2

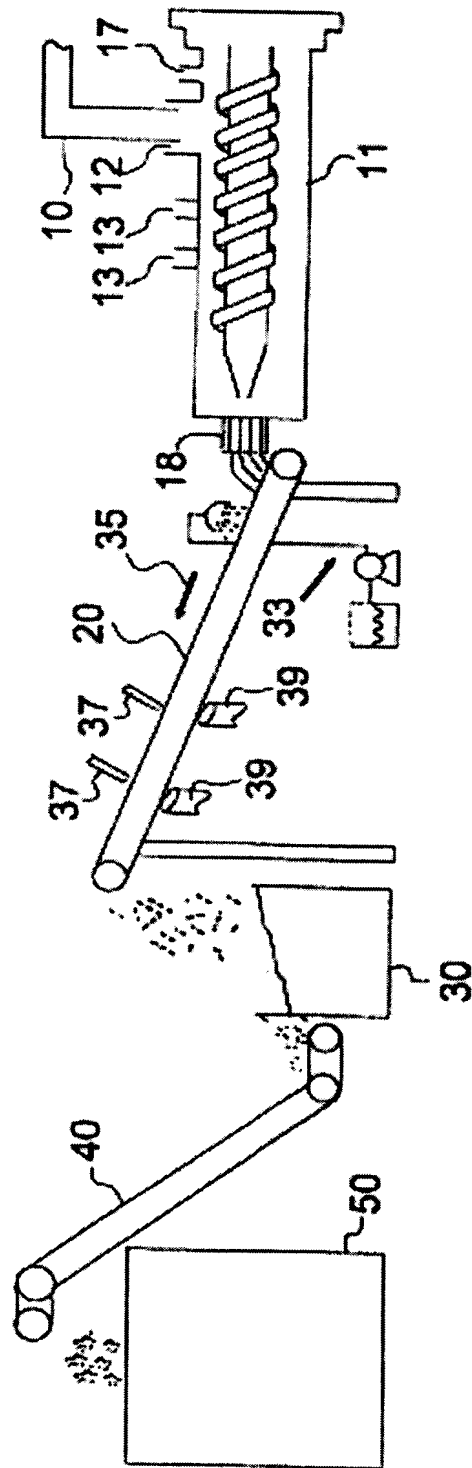


Fig. 3

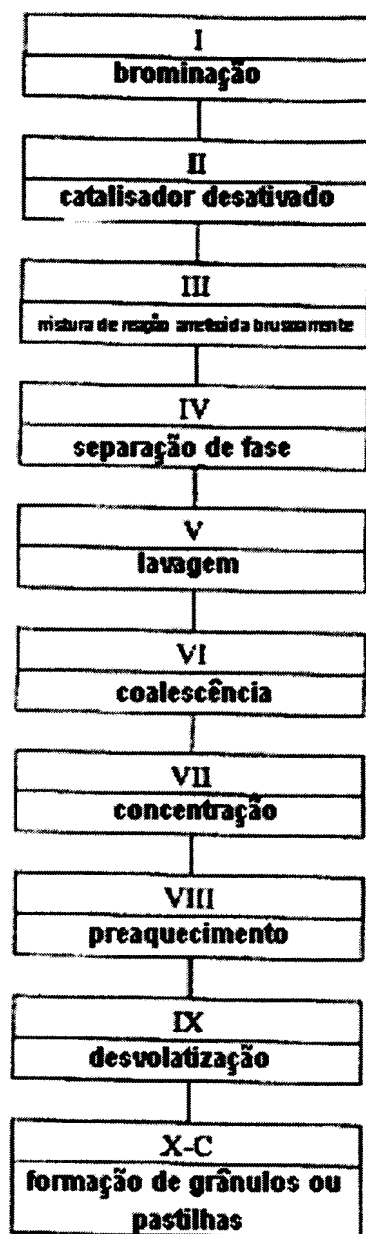


Fig. 4

RESUMO

“PROCESSO PARA A RECUPERAÇÃO DE POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE
5 POLÍMEROS ESTIRÊNICO BROMINADO PELETIZADOS A PARTIR DA MISTURA EM UM SOLVENTE ORGÂNICO VAPORIZÁVEL; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE UMA MASSA FUNDIDA OU FLUXO DE POLÍMERO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO ESTIRÊNICO
10 BROMINADO SOB A FORMA PELETIZADA; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLÍMEROS ESTIRÊNICOS BROMINADOS PELETIZADOS, PÉLETES DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICOBROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICOBROMINADO PURO; PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM
15 POLÍMERO ESTIRÊNICO BROMINADO SOB A FORMA DE GRÂNULOS OU PASTILHAS DE POLÍMERO ESTIRÊNICO ANIÔNICO BROMINADO PURO”.

Trata-se da recuperação de um polímero estirênico brominado a partir da solução em um solvente vaporizável convertendo-se a solução em uma extrusora de desvolatilização em uma massa fundida ou fluxo de polímero estirênico brominado e uma
20 fase gasosa separada composta, predominantemente, pelo solvente vaporizável, recuperando-se a massa fundida ou fluxo a partir da extrusora de desvolatilização, e permitindo-se ou fazendo-se com que a massa fundida ou fluxo se solidifique. O polímero estirênico brominado solidificado pode ser subdividido em um pó ou sob a forma peletizada. Os péletes assim produzidos apresentam dureza e/ou resistência à deformação
25 aperfeiçoadas junto à formação reduzida de sólidos finos. De preferência, utiliza-se um polímero estirênico aniônico brominado neste processo.