



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112014025324-2 B1**



**(22) Data do Depósito:** 29/04/2013

**(45) Data de Concessão:** 20/04/2021

**(54) Título:** MISTURADOR TIPO ROTOR-ESTATOR DE FLUXO RADIAL E PROCESSO PARA PRODUZIR UMA ESPUMA POLIMÉRICA

**(51) Int.Cl.:** B01F 7/00; B01F 3/04; B29B 7/40; B01F 15/06; B29B 7/74.

**(30) Prioridade Unionista:** 02/05/2012 US 61/641,499.

**(73) Titular(es):** ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS CMP HOLDINGS INC.; DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC.

**(72) Inventor(es):** PAUL A. GILLIS; THOMAS J. PARSONS; JIA XIE; VINCE FAROZIC.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2013038661 de 29/04/2013

**(87) Publicação PCT:** WO 2013/165906 de 07/11/2013

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 10/10/2014

**(57) Resumo:** MISTURADOR TIPO ROTOR-ESTATOR DE FLUXO RADIAL E PROCESSO PARA PRODUZIR UMA ESPUMA POLIMÉRICA Misturadores tipo rotor-estator de fluxo radial modificados que compreendem: A. um alojamento compreendendo um primeiro estator e um segundo estator; B. um rotor posicionado entre o primeiro estator e o segundo estator, para formar uma primeira câmara e uma segunda câmara dentro do alojamento e para prover comunicação de fluido entre a primeira e segunda câmaras, o rotor estando conectado a um eixo giratório; C. uma entrada primária posicionada dentro da primeira câmara em uma região de baixo cisalhamento; D. duas ou mais entradas secundárias posicionadas dentro da primeira câmara em uma ou mais regiões de maior cisalhamento do que a da entrada primária; e E. uma saída posicionada na segunda câmara.

"MISTURADOR TIPO ROTOR-ESTATOR DE FLUXO RADIAL E PROCESSO PARA PRODUZIR UMA ESPUMA POLIMÉRICA"

Campo técnico

[001] A presente invenção se refere a misturadores do tipo rotor-estator. Em um aspecto, a invenção se refere a um misturador tipo rotor-estator com entradas secundárias múltiplas, ao passo que, em outro aspecto, a invenção se refere a um processo para utilizar um misturador tipo rotor-estator com entradas secundárias múltiplas para produzir dispersões de gás-em-líquido com um diâmetro médio de bolha pequeno e uma distribuição de tamanho de bolha estreita.

Descrição do Estado da Técnica

[002] O tamanho da bolha em uma dispersão de gás-em-líquido, tal como espuma polimérica, depende tanto das propriedades físicas do fluido (viscosidade, tensão interfacial, etc.) como da hidrodinâmica do misturador tipo rotor-estator (taxa de cisalhamento, duração, etc.). Misturadores padrão tipo rotor-estator possuem uma corrente de entrada simples e uma corrente de saída simples. Alguns misturadores tipo rotor-estator são modificados para ter uma ou mais entradas secundárias, tais como as descritas em WO 2008/077116. Embora os misturadores tipo rotor-estator padrão e modificados produzam espumas poliméricas funcionais, permanece o interesse em se obter um misturador tipo rotor-estator que produza uma espuma polimérica com tamanho médio de bolha menor e distribuição de tamanho de bolha mais estreita do que os produzidos com os misturadores tipo rotor-estator atualmente disponíveis.

Sumário da Invenção

[003] Em uma concretização, a invenção é um misturador tipo

rotor-estator de fluxo radial compreendendo:

- A. um alojamento compreendendo um primeiro estator e um segundo estator;
- B. um rotor posicionado entre o primeiro estator e o segundo estator, para formar uma primeira passagem e uma segunda passagem dentro do alojamento e para prover comunicação de fluido entre a primeira e segunda passagens, o rotor estando conectado a um eixo giratório;
- C. uma entrada primária para a primeira passagem em uma região de baixo cisalhamento;
- D. duas ou mais entradas secundárias para a primeira passagem em uma ou mais regiões de maior cisalhamento que o da entrada primária; e
- E. uma saída da segunda passagem.

[004] Os misturadores da presente invenção tiram vantagens do campo de cisalhamento variável na primeira passagem, e proporcionam um meio de adição de fluido em vários locais na primeira passagem do dispositivo. Essas regiões diferem quanto ao raio do estator, sendo assim caracterizadas por níveis diferentes de taxa de cisalhamento. Além disso, a adição de fluidos de densidade ou viscosidade diferentes, como por exemplo, gás e líquido, formam uma mistura mais estável quando injetados em uma região de cisalhamento maior do que quando injetados em uma região de cisalhamento menor. Em uma concretização, a invenção é a instalação de três ou mais entradas secundárias ao longo da primeira passagem de um misturador tipo rotor-estator de fluxo radial, cada entrada secundária localizada em uma região de maior cisalhamento no misturador do que na da entrada primária.

[005] Em uma concretização, a invenção é um processo para

produzir uma espuma polimérica utilizando um misturador tipo rotor-estator de fluxo radial, o misturador compreendendo:

A. um alojamento compreendendo um primeiro estator e um segundo estator;

B. um rotor posicionado entre o primeiro estator e o segundo estator, para formar uma primeira passagem e uma segunda passagem dentro do alojamento e para prover comunicação de fluido entre a primeira e segunda passagens, o rotor estando conectado a um eixo giratório;

C. uma entrada primária para a primeira passagem em uma região de baixo cisalhamento;

D. duas ou mais entradas secundárias para a primeira passagem em uma ou mais regiões de maior cisalhamento que a da entrada primária; e

E. uma saída da segunda passagem;

O processo compreendendo as etapas de:

1. introduzir pela entrada primária uma primeira alimentação compreendendo um líquido em uma primeira região de cisalhamento da primeira passagem, a primeira alimentação compreendendo um monômero, pré-polímero ou polímero;

2. introduzir por uma ou mais das entradas secundárias, uma segunda alimentação compreendendo um gás em uma segunda região de cisalhamento da primeira passagem, a segunda região de cisalhamento de maior cisalhamento sendo maior que o cisalhamento da primeira região de cisalhamento;

3. formar uma espuma da primeira e segunda alimentações na primeira passagem;

4. transferir a espuma da primeira passagem para a segunda passagem; e

5. ejetar a espuma pela saída do misturador.

[006] Em uma concretização, a primeira alimentação é introduzida nas proximidades do eixo do misturador e as alimentações adicionais são introduzidas por duas ou mais entradas secundárias, de forma que ela ingressa no misturador na primeira passagem a uma distância ao longo do primeiro estator distal em relação ao eixo.

#### Breve Descrição dos Desenhos

[007] A invenção é descrita geralmente com referência aos desenhos que ilustram certas concretizações somente, e que não restringem o escopo da invenção. Nos desenhos, números idênticos são usados para designar partes idênticas em todos eles. A Figura 1A é um corte transversal de um misturador tipo rotor-estator de fluxo radial padrão, modificado com duas entradas secundárias posicionadas em regiões de alto cisalhamento do misturador em relação à entrada primária.

[008] A Figura 1B é uma vista em corte da Figura 1A tomada ao longo da linha 1B-1B com o rotor posicionado dentro do espaço entre os dois estatores;

[009] A Figura 1C é uma vista em corte da Figura 1A tomada ao longo da linha 1B-1B com o rotor removido do espaço entre os dois estatores; e

[010] A Figura 2 é uma vista plana de um primeiro estator.

#### Descrição Detalhada da Concretização Preferida

[011] Salvo afirmação em contrário, implícita do contexto, ou comum no estado da técnica, todas as partes e porcentagens são em peso, e todos os métodos de teste são atuais, a contar da data de depósito do presente relatório. Para fins da prática patentária americana, os conteúdos de qualquer patente, pedido ou publicação de patente referidos são incorporados por referência em sua totalidade (ou sua versão

americana equivalente é assim incorporada por referência) especialmente com respeito à descrição de definições (na medida em que não forem inconsistentes com as definições especialmente providas no presente relatório) e conhecimento geral do estado da técnica.

[012] As faixas numéricas na presente descrição são aproximadas, podendo assim incluir valores fora da faixa, salvo indicação em contrário. Faixas numéricas incluem todos os valores desde e incluindo os valores mínimos e máximos, em incrementos de uma unidade, contanto que exista um intervalo de pelo menos duas unidades entre qualquer valor mais baixo e qualquer valor mais alto. Como exemplo, se uma propriedade composicional, física ou outra propriedade, tal como, por exemplo, peso molecular, etc., for de 100 a 1.000, então todos os valores individuais, tais como 100, 101, 102, etc., e subfaixas tais como 100 a 144, 155 a 170, 197 a 200, etc., são expressamente enumeradas. Para faixas contendo valores que são menores que um ou contendo números fracionários maiores que um (ex: 1,1, 1,5, etc.), uma unidade é considerada 0,0001, 0,001, 0,01 ou 0,1, conforme apropriado. Para faixas contendo números de um só dígito menores que 10 (ex: de 1 a 5), uma unidade é tipicamente considerada como sendo 0,1. Esses são apenas exemplos do que se pretende especificamente, e todas as possíveis combinações de valores numéricos entre o valor mais baixo e o valor mais alto enumerado, devem ser consideradas como expressamente citadas no presente relatório. Faixas numéricas são providas na presente descrição para, entre outras coisas, peso molecular.

[013] "Comunicação de fluido" e termos similares significam que um fluido, por exemplo, um líquido, gás, etc., pode

passar diretamente e sem interrupção de uma área definida para outra. Por exemplo, o líquido pode passar da entrada primária para dentro da câmara anular, e então para dentro da primeira passagem pelo canal de conexão para dentro da segunda passagem e então pela saída diretamente e sem interrupção. Cada área do misturador está em comunicação de fluido entre si.

[014] "Radial" e termos similares significam, no contexto de um misturador tipo rotor-estator de fluxo radial, a direção normal (ou seja, perpendicular) do eixo do rotor.

[015] "Fluxo radial" e termos similares significam o trajeto percorrido por um fluido que ingressa na primeira passagem no ou nas proximidades do eixo do rotor, para cima ou distante do eixo do rotor ao longo da primeira passagem até uma região a mais distal possível do eixo do rotor e/ou de uma região na segunda passagem a mais distal possível do eixo do rotor, para baixo e na direção de uma região na segunda passagem no ou nas proximidades do eixo do rotor.

[016] "Passagem" e termos similares significam o trajeto de fluxo ou canal definido pelas superfícies opostas, embora não contatantes, do estator e do rotor. A primeira passagem é o trajeto de fluxo definido pela superfície facial do primeiro estator e da superfície oposta do rotor. Um fluido na primeira passagem se move da região de baixo cisalhamento no ou perto do eixo do rotor, ou seja, no ou perto do centro do rotor-estator, para a região de alto cisalhamento na ou perto da periferia do rotor-estator, ou seja, na ou próximo da junção do primeiro trajeto e do canal de conexão ou, em outras palavras, no ou perto do ponto da primeira passagem mais distante do eixo do rotor. A segunda passagem é o

trajeto de fluxo definido pela superfície facial do segundo estator e da superfície oposta do rotor. Um fluido na segunda passagem se move da região de alto cisalhamento na ou próximo da periferia do rotor-estator, ou seja, na ou próximo da junção do canal de conexão e da segunda passagem ou, em outras palavras, no ou perto do ponto na segunda passagem mais distante do eixo do rotor, para a saída do misturador que está tipicamente no ou perto do centro do rotor-estator. Como consequência e no contexto da presente invenção, um fluido se move pelo misturador tipo rotor-estator ingressando na primeira passagem em uma região de baixo cisalhamento, se move num gradiente de cisalhamento crescente na primeira passagem, passa sobre a segunda passagem por meio do canal de conexão, passa pela segunda passagem num gradiente de cisalhamento decrescente, deixa a segunda passagem de uma região de baixo cisalhamento e egressa do misturador através da saída do misturador.

[017] "Cisalhamento" e termos similares significam o gradiente de velocidade transmitido para um fluido (líquido, gás ou ambos) à medida que se move pela primeira e segunda passagens do misturador tipo rotor-estator. A taxa de cisalhamento é resultado de uma combinação de fatores inclusive, embora sem restrição, ao tamanho, comprimento e configuração da passagem, às configurações faciais dos estatores e do rotor, da velocidade rotativa do rotor, da viscosidade e velocidade do fluido, da pressão sobre o fluido dentro das passagens, etc.

[018] "Região de cisalhamento" e termos similares significam um espaço ou volume dentro de uma passagem na qual um fluido possui tensão de cisalhamento, ou seja, o



componente de tensão é coplanar com uma seção transversal do fluido. A tensão de cisalhamento se origina do componente de vetor de força paralelo à seção transversal. Tensão normal, por outro lado, se origina do componente de vetor de força perpendicular à seção transversal material sobre a qual atua. Para fins da presente invenção, a região de cisalhamento se aplica ao espaço ou volume dentro de uma passagem, quer um fluido esteja ou não transitando pela passagem.

[019] "Região de alto cisalhamento", "região de baixo cisalhamento" e termos similares são termos relativos usados para designar um espaço ou volume em uma passagem, em relação a outros espaços ou volumes dentro da passagem, quer um fluido esteja ou não transitando pela passagem. Regiões de alto cisalhamento são espaços ou volumes em uma passagem na qual um fluido, transitando por aquele espaço ou volume, está sob tensão de cisalhamento maior ou mais extensa do que quando o fluido está transitando por pelo menos uma outra região dentro da passagem. Quanto mais um fluido transita pela passagem e mais se distancia do centro do rotor-estator, maior a tensão de cisalhamento experimentada pelo fluido. Assim, de duas regiões de tamanho similar ao longo de uma passagem, a região mais afastada do centro do rotor-estator será a região de alto cisalhamento e região mais próxima do centro do rotor-estator será a região de baixo cisalhamento.

#### Misturador tipo Rotor-Estator de Fluxo Radial

[020] Com referência à Figura 1A, o misturador tipo rotor-estator de fluxo radial 10 compreende um eixo de rotor 11 conectado ao rotor 12 e a um motor (não mostrado) que faz com que o motor e o rotor girem. O rotor 12 é posicionado dentro do alojamento 13 e o alojamento 13 compreende a

primeira seção de alojamento 14 unida por meios 31 à segunda seção de alojamento 15. A primeira seção de alojamento 14 compreende primeiro estator 16, e a segunda seção de alojamento 15 compreende segundo estator 17. O primeiro e segundo estatores são posicionados opostamente entre si definindo o volume 18 (Figura 1C) entre eles que é ocupado pelo rotor 12. O rotor 12 divide o volume 18 em primeira passagem ou canal 19 e segunda passagem ou canal 20 (Figura 1B), ambas passagens tendo volume muito pequeno, sendo que a primeira superfície do rotor 21 é posicionada em estreita proximidade com o primeiro estator 16 e a segunda superfície do rotor 22 é posicionada em estreita proximidade com o segundo estator 17. As duas seções de alojamento podem ser desacopladas entre si para proporcionar acesso ao rotor e estatores.

[021] A entrada primária 24 está em comunicação de fluido com a câmara anular 25 que circunda o eixo do rotor 11. A câmara anular 25, por sua vez, está em comunicação de fluido com a primeira passagem 19, a primeira passagem 19 está em comunicação de fluido com a segunda passagem 20 por meio do canal de conexão 23, e segunda passagem 20 está em comunicação de fluido com a saída 26. Assim, um líquido pode passar pelo misturador 10 ingressando através da entrada primária 24, passar para dentro e através da câmara anular 25, para dentro e através da primeira passagem 19, atravessar a segunda passagem 20 através do canal de conexão 23 e sair através da saída 26.

[022] A primeira seção de alojamento 14 é equipada com uma primeira camisa de resfriamento 27A e a segunda seção de alojamento 15 é equipada com a segunda camisa de resfriamento

27B. A primeira camisa de resfriamento 27A liga-se à primeira seção de alojamento 14 próxima ao primeiro estator 16 e o fluido refrigerante (não mostrado) é circulado pela mesma através da primeira entrada de fluido refrigerante 28 e da primeira saída de fluido refrigerante (não mostrada). A segunda camisa de resfriamento 27B liga-se à segunda seção de alojamento 15 próxima ao segundo estator 17 e o fluido refrigerante (não mostrado) é circulado pela mesma através da segunda entrada de fluido refrigerante 29 e segunda saída de fluido refrigerante (não mostrada). A segunda camisa de resfriamento 27B liga-se à segunda seção de alojamento 15 próxima ao segundo estator 17 e o fluido refrigerante (não mostrado) é circulado pela mesma através da segunda entrada de fluido refrigerante 29 e segunda saída de fluido refrigerante (não mostrada).

[023] A primeira seção de alojamento 14 compreende primeira entrada secundária 30A que está em comunicação de fluido com a primeira passagem 19 e a segunda entrada secundária 30B que está também em comunicação de fluido com a primeira passagem 19. O importante na presente invenção é que as entradas secundárias alimentem a primeira passagem em regiões de cisalhamento maior que o da região na qual a câmara anular alimenta a primeira passagem. A primeira e segunda passagens são regiões de cisalhamento variável. Devido à rotação do rotor, o cisalhamento é o mais baixo nas duas passagens mais próximas do eixo e mais altas nas duas passagens mais afastadas ou mais distais do eixo.

[024] Na Figura 1A, o líquido que ingressa na primeira câmara desde a câmara anular 25 entra no ou perto do eixo do rotor 11 e assim entra numa região da primeira passagem que

está em baixo cisalhamento em relação às regiões posicionadas para além do eixo do rotor. O fluido que ingressa na primeira passagem desde a segunda entrada secundária 30B ingressa aproximadamente na metade do percurso para o primeiro estator 16 e assim entra na primeira passagem em uma região de cisalhamento que é maior do que o cisalhamento nas regiões da primeira passagem mais próximas do eixo do rotor 11. O fluido que ingressa na primeira passagem desde a primeira entrada secundária 30A, ingressa na ou junto à extremidade do primeiro estator 20 para dentro de uma região o mais distal possível do eixo do rotor 11, e assim ingressa na região de mais alto cisalhamento em relação ao cisalhamento na região da primeira passagem mais próxima do eixo do rotor 11.

[025] Embora não mostrado nas figuras, o misturador de rotor-estator de fluxo radial 10 pode ser equipado com mais de duas entradas secundárias. Essas entradas opcionais adicionais também alimentam a primeira passagem em regiões de cisalhamento maior que a que é alimentada pela câmara anular. Cada entrada secundária pode alimentar a mesma ou uma região diferente da primeira passagem como uma ou mais das outras entradas secundárias, contanto que cada qual alimenta uma região de cisalhamento maior do que o cisalhamento da região na qual a câmara anular é alimentada. O posicionamento de uma ou mais das entradas secundárias para alimentar gás na região da primeira passagem na qual a câmara anular alimenta o líquido é desfavorável, já que a espuma preparada pelo misturador tende a apresentar bolhas muito maiores e uma distribuição de tamanho de bolha maior do que a de uma espuma preparada quando todas as entradas secundárias alimentam gás para regiões com cisalhamento maior do que o da região na

qual o líquido é alimentado.

[026] O misturador tipo rotor-estator de fluxo radial 10 é também descrito com referência à Figura 2. Com referência à Figura 2, o primeiro estator 16 pode ter qualquer formato; por exemplo, o primeiro estator 16 pode ter um formato circular. O primeiro estator 16 pode também incluir canal central 32. O primeiro estator 16 pode ser provido com qualquer número de dentes de estator geralmente em formato de anel 33; por exemplo, o primeiro estator pode ser provido com pelo menos dois dentes geralmente em formato de anel 33. Cada dente de estator geralmente em formato de anel 33 é provido de dentes múltiplos em forma de pente 34 em sentido circunferencial. Os dentes de estator geralmente em forma de anel podem também ser espaçados em qualquer distância 35 um do outro.

[027] O primeiro estator 16 inclui primeira porta de entrada de estator 36 que está em comunicação de fluido com entrada primária 24 através da câmara anular 25, primeira porta de entrada de estator 37 que está em comunicação de fluido com a segunda entrada secundária 30B, e a primeira porta de entrada de estator 38 que está em comunicação de fluido com a primeira entrada secundária 30A (na Figura 2, o primeiro estator 16 é mostrado com três portas de entrada 38 ilustrando uma concretização não mostrada nas Figuras 1A-1C onde o misturador tipo rotor-estator 10 é equipado com quatro entradas secundárias das quais três são igualmente espaçadas do primeiro estator na ou perto da distância máxima na primeira passagem do eixo do rotor). A Figura 2 também ilustra meios 31 para unir ou acoplar a primeira seção de alojamento que compreende o primeiro estator, à segunda seção

de alojamento (não mostrada na Figura 2) que compreende o segundo estator. Meios 31 para unir ou acoplar as duas seções incluem, embora não se restrinjam a mecanismos interconectados, portas e parafusos e roscas.

[028] A seta de gradiente de cisalhamento 39 indica a direção de cisalhamento crescente ao longo da primeira passagem, ou, em outras palavras, ao longo do raio do primeiro estator 16. O cisalhamento encontra-se no seu canal central mais baixo e mais próximo 32 através do qual o eixo do rotor 11 (não mostrado), e sendo o maior no ou próximo ao perímetro externo 40.

[029] A configuração do segundo estator 17 pode ser igual ou diferente da configuração do primeiro estator. Tipicamente, a configuração é similar, se não igual. As faces do rotor complementam a configuração dos estatores dos quais são opostos. A seta de gradiente de cisalhamento da segunda passagem é a mesma da segunda passagem, embora devido a diferenças nas configurações do estator e/ou outros fatores, o cisalhamento de qualquer região específica na primeira passagem possa ser diferente, tipicamente maior, do que o cisalhamento do estator na região correspondente da segunda passagem.

[030] O rotor 12 inclui meios (não mostrados) para acoplar-se ao eixo do rotor 11 (Figura 1) que, por sua vez, é acoplado a uma fonte de energia, por exemplo, um motor elétrico (não mostrado) para conferir movimento rotativo ao motor. Meios para acoplar o rotor ao eixo do rotor incluem, embora não se restrinjam a mecanismos interconectados, porcas e parafusos e roscas.

Processo para Formar uma Espuma Polimérica

[031] Em uma concretização, uma primeira fase de pré-polímero com funcionalidade de hidrogênio reativo, por exemplo, um poliol, é introduzida na primeira passagem via entrada primária 24, ao passo que uma segunda fase de pré-polímero com funcionalidade isocianato é introduzida na primeira passagem via entrada secundária 30B na presença de um surfactante e, opcionalmente um catalisador, que podem ser introduzidos, qualquer um ou ambos, separadamente através de outras entradas secundárias ou combinados com uma ou ambas da primeira e segunda fases pré-poliméricas. A espuma resulta da introdução de um gás inerte na primeira passagem através de uma entrada secundária 30A em uma região de alto cisalhamento da primeira passagem em relação à região de cisalhamento na qual a primeira fase de pré-polímero é introduzida. Os habilitados na técnica reconhecem que a primeira e segunda fases pré-poliméricas podem ser revertidas no contexto em que são introduzidas na primeira passagem e/ou divisão entre entradas múltiplas. Uma característica importante da presente invenção é que o gás inerte é introduzido na primeira passagem em uma região de alto cisalhamento em relação à região na qual os componentes reativos são introduzidos. Em outras concretizações, a ordem de adição de cisalhamento é variada, por exemplo, o poliol é adicionado em baixo cisalhamento, o gás é adicionado em médio cisalhamento e isocianato é adicionado em alto cisalhamento.

[032] A mistura de reação combina com um gás inerte para formar uma mistura líquida em espuma com bolhas arrastadas finamente divididas de tamanho uniforme. A espuma é primeiramente formada na primeira passagem, e então se transfere para a segunda passagem que tem um gradiente de

cisalhamento similar à primeira câmara por meio da passagem radial na extremidade distal do rotor. Na primeira passagem, a mistura de reação percorre um primeiro trajeto de cisalhamento relativamente baixo para cisalhamento relativamente alto, sobre e através da passagem radial e então para baixo e através da segunda câmara de uma região de cisalhamento relativamente alto para cisalhamento relativamente baixo, e finalmente a espuma de poliuretano deixa a segunda câmara e o misturador através da porta de saída 23. O tempo de residência dos materiais dentro do misturador, ou seja, as duas passagens, da entrada para a saída, pode variar de acordo com a natureza dos materiais, condições operacionais do misturador, embora tipicamente o tempo de residência seja de alguns segundos a menos de um minuto.

[033] O termo fase de pré-polímero de isocianato se refere a um líquido que substancialmente não contém nenhum solvente orgânico e que contém pelo menos dois grupos isocianato por uma molécula. Tal pré-polímero de isocianato também se refere a pré-polímero de isocianato no qual o teor do solvente orgânico no pré-polímero é de 10 por cento em peso ou menos, com base no peso total da fase de pré-polímero. Para eliminar a etapa de remover o solvente orgânico, o teor do solvente orgânico pode, por exemplo, ser de 5 por cento em peso ou menos, com base no peso total da fase de pré-polímero; ou alternativamente, o teor do solvente orgânico pode ser de 1 por cento em peso ou menos, com base no peso total da fase de pré-polímero; ou outra alternativa, o teor do solvente orgânico pode ser de 1 por cento ou menos, com base no peso total da fase de pré-polímero. Em uma concretização



preferida, a fase de pré-polímero de isocianato não conter solvente.

[034] O peso molecular médio numérico do pré-polímero de isocianato utilizado na presente invenção pode, por exemplo, estar na faixa de materiais monoméricos a pré-polímeros com um peso molecular médio numérico (Mn) de 1.000 a 200.000, tipicamente de 1.000 a 50.000 em base livre de solvente.

[035] O pré-polímero de isocianato utilizado na presente invenção pode ser produzido através de quaisquer processos convencionalmente conhecidos, por exemplo, processo em solução, processo por termofusão, ou processo de mistura de pré-polímero. Além disso, o pré-polímero de isocianato pode, por exemplo, ser produzido via processo para reagir um composto de poliisocianato com um composto contendo hidrogênio ativo e os exemplos incluem, embora não se restrinjam a (i) um processo para reagir um composto de poliisocianato com um composto de poliol sem utilizar solvente orgânico, e (ii) um processo para reagir um composto de poliisocianato com um composto de poliol em um solvente orgânico, seguido de remoção do solvente.

[036] Exemplos do composto de poliisocianato incluem diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, diisocianato de m-fenileno, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,2'-difenilmetano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dicloro-4,4'-bifenileno, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 1,5-tetraidronaftaleno, diisocianato de tetrametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de

dodecametileno, diisocianato de trimetilhexanometileno, diisocianato de 1,3-ciclohexileno, diisocianato de 1,4-ciclohexileno, diisocianato de xilileno, diisocianato de tetrametilxilileno, diisocianato de xilileno hidrogenado, diisocianato de lisina, diisocianato de isoforona, diisocianato de 4,4'-diciclohexilmetano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-diciclohexilmetano, seus isômeros e/ou combinações de dois ou mais destes.

[037] O pré-polímero contendo hidrogênio ativo utilizado na presente invenção inclui, embora não se restrinja a um composto contendo peso molecular comparativamente alto ("composto de alto peso molecular") e um composto contendo peso molecular comparativamente baixo ("composto de baixo peso molecular").

[038] O Mn do composto de alto peso molecular pode, por exemplo, estar na faixa de 300 a 50.000; ou alternativamente, numa faixa de 500 a 5.000. O peso molecular médio numérico do composto de baixo peso molecular pode, por exemplo, ser menor que 300. Esses compostos contendo hidrogênio ativo podem ser usados isoladamente, ou dois ou mais tipos deles podem ser usados em combinação.

[039] Entre esses compostos contendo hidrogênio ativo, exemplos do composto de alto peso molecular incluem, embora não se restrinjam a poliéster polióis alifáticos e aromáticos, incluindo poliéster polióis baseados em caprolactona, poliéster polióis baseados em óleo de sementes, quaisquer polióis híbridos de poliéster/poliéter, poliéter polióis à base de PTMEG; poliéter polióis baseados em óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno e suas misturas; policarbonato polióis; poliacetal polióis,

poliacrilato polióis; poliesteramida polióis; politioéter polióis; poliolefina polióis, tais como polibutadieno poliols saturado ou insaturado, politioéter poliols, poliolefina polióis, tais como polibutadieno poliols, e assim por diante. Os compostos contendo hidrogênio ativo podem também compreender aminas primárias e secundárias, ou pré-polímeros terminados com uma amina primária ou secundária.

[040] Como o poliéster poliols, pode-se utilizar um poliéster poliols, por exemplo, obtido através da reação de policondensação de um glicol e de um ácido.

[041] Exemplos do glicol, que pode ser usado para se obter poliéster poliols, incluem, embora não se restrinjam a etileno glicol, propileno glicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, tetraetileno glicol, polietileno glicol, dipropileno glicol, tripropileno glicol, bisidroxietoxibenzeno, 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol, bisfenol A, mistura de 1,3- e 1,4-ciclohexanodimetanol (UNOXOL<sup>TM</sup> diol), bisfenol A hidrogenado, hidroquinona, e seus adutos de óxido de alquilenos. Essas espécies de baixo peso molecular podem também ser usadas diretamente no misturador, assim como suas aminas análogas.

[042] Exemplos do ácido, que pode ser usado para se obter o poliéster poliols incluem, embora não se restrinjam a ácido succínico, ácido adípico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido dodecanodicarboxílico, anidrido maleico, ácido fumárico, ácido 1,3-ciclopentanodicarboxílico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 1,4-naftalenodicarboxílico,

ácido 2,5-naftalenodicarboxílico, ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, ácido bifenildicarboxílico, ácido 1,2-bis(fenoxi)etano-p,p'-dicarboxílico e anidridos de derivados formadores de éster desses ácidos dicarboxílicos; e ácido p-hidroxibenzóico, ácido p(2-hidroxietoxi)benzóico, e derivados formadores de éster desses ácidos hidroxicarboxílicos.

[043] Pode-se também utilizar poliéster obtido através de reação de polimerização por abertura de anel de um composto de éster cíclico, tal como C-caprolactona, e copoliésteres dos mesmos.

[044] Exemplos de poliéter poliol incluem, embora não se restrinjam a compostos obtidos através da reação de poliadição de um ou mais tipos de compostos contendo pelo menos dois átomos de hidrogênio ativo, tais como etileno glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, propileno glicol, trimetileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano, sorbitol, sacarose, aconita sacarídeo, ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido fosfórico, etilenodiamina, dietilenotriamin a, triisopropanolamina, pirogalol, ácido diidroxibenzóico, ácido hidroxiftálico, e 1,2,3-propanotritiol com um ou mais tipos entre óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno, epicloridrina, tetraidrofurano, e ciclohexileno.

[045] Exemplos de policarbonato poliol incluem, embora não se restrinjam a compostos obtidos através da reação de glicóis, tais como 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, e dietileno glicol, com carbonato de difenila e fosgênio.

[046] Entre os compostos contendo hidrogênio ativo, o

composto de baixo peso molecular é um composto que possui pelo menos dois hidrogênios ativos por uma molécula e um peso molecular médio numérico menor que 300, e seus exemplos incluem, embora não se restrinjam a componentes de glicol utilizados como matérias primas do poliéster poliol; compostos de poliidroxi, tais como glicerina, trimetiloletano, trimetilolpropano, sorbitol e pentaeritritol; e compostos de amina, tais como etilenodiamina, 1,6-hexametilenodiamina, piperazina, 2,5-dimetilpiperazina, isoforonodiamina, 4,4'-diciclohexilmetanodiamina, 3,3'-dimetil-4,4'-diciclohexilmetanodiamina, 1,4-ciclohexanodiamina, 1,2-propanodiamina, hidrazina, dietilenotriamina, e trietilenotetramina.

[047] O termo "surfactantes", conforme aqui utilizado, se refere a qualquer composto que reduza a tensão superficial entre um líquido e um gás. Surfactantes não iônicos são úteis na prática da presente invenção e incluem, embora não se restrinjam a copolímeros em bloco contendo óxido de etileno e surfactantes de silicone, tais como álcool etoxilado, ácido graxo etoxilado, derivado de sorbitan, derivado de lanolina, nonil fenil etoxilado, ou polissiloxano alcoxilado. Tais surfactantes podem conter funcionalidade hidrogênio reativo, podendo ser incorporados no polímero em crescimento.

[048] Pré-polímeros de poliuretano são tipicamente estendidos na cadeia com um extensor de cadeia bastante conhecido no estado da técnica.

[049] Os catalisadores utilizados na prática da presente invenção incluem catalisadores à base de metal, por exemplo, derivados de estanho e aminas terciárias. Os gases inertes

utilizados na prática da presente invenção incluem, embora não se restrinjam a gases nobres, dióxido de carbono e qualquer outro gás que não reaja com os outros componentes da mistura, sob condições de mistura. A quantidade de gás e a taxa de adição de gás variam com a aplicação. O teor máximo de gás é determinado pela capacidade de se manter o líquido como fase contínua. O teor mínimo de gás é determinado pelas exigências da aplicação final. Líquidos são adicionados sem gás, ou seja, sem gás nos líquidos antes da entrada da primeira passagem. Tipicamente, se as correntes de gás e líquido forem simplesmente unidas (ex: misturadas numa conexão T de tubos intersectados), haverá a formação de espumas não uniformes, conforme mostra o Exemplo 1.

#### Concretizações específicas

##### Exemplo 1: estabilização de fluxo

[050] Uma espuma de poliuretano foi gerada em um misturador Oakes através da mistura reativa de pré-polímero de isocianato com um poliéter poliol. Nitrogênio foi usado como gás espumante e Jeffamine adicionado à formulação. Um misturador Oakes padrão de 4" foi modificado para permitir o processamento em fases das correntes de reagente. O fluxo de massa de isocianato, poliol, Jeffamine e gás foi de 180, 410, 9, 0,26 g/min, respectivamente. O poliol e Jeffamine foram misturados e ingressaram no misturador tipo rotor-estator ao longo do eixo. As correntes de isocianato e gás foram combinadas em uma intersecção de tubo conectada em T e alimentadas para o misturador Oakes na próxima entrada. Durante a operação desta configuração, observou-se fluxo de gás transiente no fluxômetro de gás a montante do misturador. As oscilações variaram tanto em período como amplitude.

Algumas oscilações duraram até 60 segundos. A magnitude de mudança no fluxo de gás foi de até 80%. Para estabilizar o fluxo de gás, o local de entrada de gás foi movido para uma entrada em estágios (entre as fileiras 5 e 6 dos dentes do rotor). Essa alteração quase eliminou as oscilações no fluxo de gás. O fluxo de gás foi muito constante com apenas <5% alteração no fluxo observado após essa mudança.

#### Exemplo 2: Processamento em Fases do Reagente

[051] Uma espuma de poliuretano foi gerada em um misturador Oakes modificado pela mistura reativa de um pré-polímero de isocianato com um poliéter poliol. Nitrogênio foi usado como gás espumante e Jeffamine adicionado à formulação. Um misturador Oakes padrão de 4" foi modificado para permitir o processamento em fases das correntes de reagente em três locais adicionais na primeira passagem e dois locais adicionais na segunda passagem. Um diagrama, Figura 1A, do misturador modificado é incluído no presente pedido de patente. O fluxo de massa de isocianato, poliol, Jeffamine, e gás foi de 180, 410, 9, 0,25 g/min, respectivamente. Inicialmente, os reagentes foram trazidos através das portas de entrada padrão de um misturador Oakes padrão com exceção do gás, que foi processado em fases para melhorar a estabilidade de fluxo. Com essa configuração, observou-se um tamanho de bolha de 76 microns com desvio padrão de 41 microns.

[052] Uma segunda configuração foi explorada, sendo que a corrente de reagente foi processada em fases (ingressou separadamente no misturador com tempos de residência variáveis). As taxas de fluxo e as condições experimentais foram mantidas constantes e o poliol ingressou no misturador

tipo rotor-estator no local de entrada primária. As três entradas processadas em fases na primeira passagem do misturador Oakes continham o isocianato, Jeffamine e nitrogênio. Um catalisador ingressou no dispositivo numa segunda entrada de passagem. Essa configuração reduziu o tamanho de bolha na espuma de produto para 51 microns com um desvio padrão de 22 microns.

[053] Embora a presente invenção tenha sido descrita com certos detalhes em toda a descrição das concretizações preferidas, esses detalhes se referem à finalidade principal de ilustração. Muitas variações e modificações podem ser feitas pelo habilitado na técnica, sem fugir do escopo e espírito da invenção, conforme descrito nas reivindicações em anexo.



REIVINDICAÇÕES

1. Misturador tipo rotor-estator de fluxo radial, caracterizado pelo fato de compreender:

A. um alojamento (13) compreendendo um primeiro estator (16) e um segundo estator (17);

B. um rotor (12) posicionado entre o primeiro estator (16) e o segundo estator (17), para formar uma primeira passagem (19) entre o rotor (12) e o primeiro estator (16) e uma segunda passagem (20) entre o rotor (12) e o segundo estator dentro do alojamento (13) e para prover comunicação de fluido entre a primeira e a segunda passagens (19, 20), o rotor (12) estando conectado a um eixo giratório (11);

C. uma entrada primária (24) para a primeira passagem (19) em uma região de baixo cisalhamento;

D. apenas quatro entradas secundárias (37, 38) para a primeira passagem (19) em uma ou mais regiões de maior cisalhamento que o da entrada primária (24) com a provisão de que três das entradas secundárias (38) são igualmente espaçadas em relação ao primeiro estator (16) e comunicando com a primeira passagem (19) em ou próximo da distância máxima a partir do eixo giratório (11); e

E. uma saída (26) a partir da segunda passagem (20).

2. Misturador, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o primeiro estator (16) compreender pelo menos dois dentes de estator em formato de anel (33).

3. Misturador, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de a configuração do segundo estator (17) ser a mesma que a do primeiro estator (16).

4. Processo para produzir uma espuma polimérica, utilizando misturador tipo rotor-estator de fluxo radial, conforme

definido na reivindicação 1, dito processo sendo caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

1. introduzir pela entrada primária (24) uma primeira alimentação compreendendo um líquido em uma primeira região de cisalhamento da primeira passagem (19), a primeira alimentação compreendendo um monômero, pré-polímero ou polímero;
2. introduzir por uma ou mais das entradas secundárias (37, 38) uma segunda alimentação compreendendo um fluido em uma segunda região de cisalhamento da primeira passagem (19), a segunda região de cisalhamento de maior cisalhamento sendo maior que o cisalhamento da primeira região de cisalhamento;
3. formar uma espuma da primeira e segunda alimentações na primeira passagem (19);
4. transferir a espuma da primeira passagem (19) para a segunda passagem (20); e
5. ejetar a espuma pela saída (26) do misturador (10).
5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de o fluido introduzido na segunda região de cisalhamento da primeira passagem (19) ser um gás.
6. Processo, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de a primeira alimentação compreender um poliol.
7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a segunda alimentação compreender um monômero, pré-polímero ou polímero com funcionalidade isocianato.
8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de a segunda alimentação compreender ainda um surfactante e, opcionalmente, um catalisador.
9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de um gás inerte ser introduzido na segunda região

de cisalhamento da primeira passagem (19).

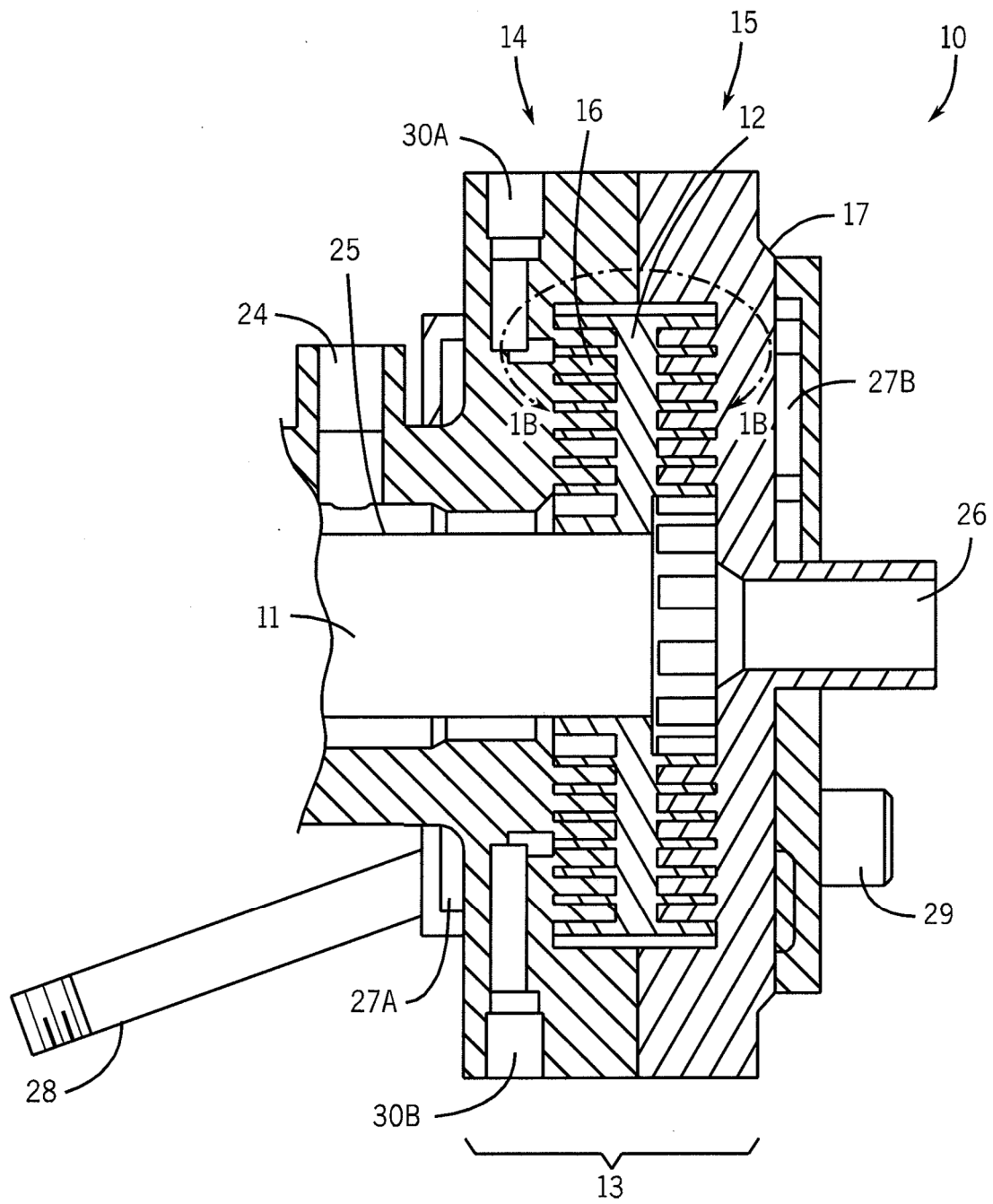
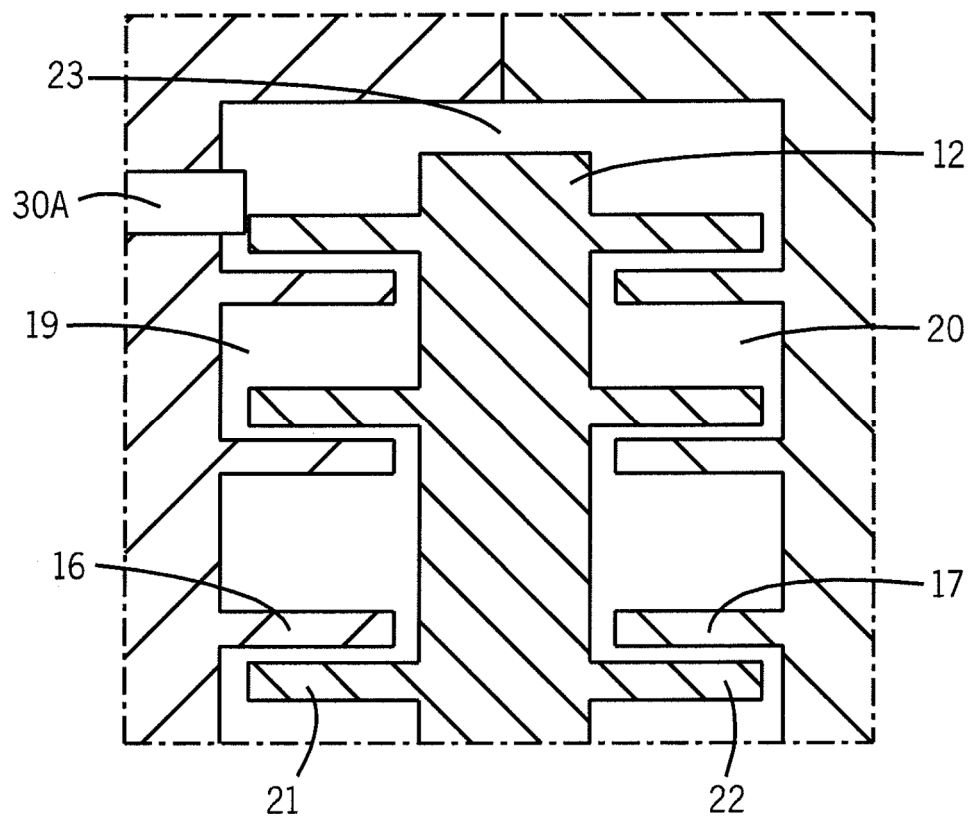
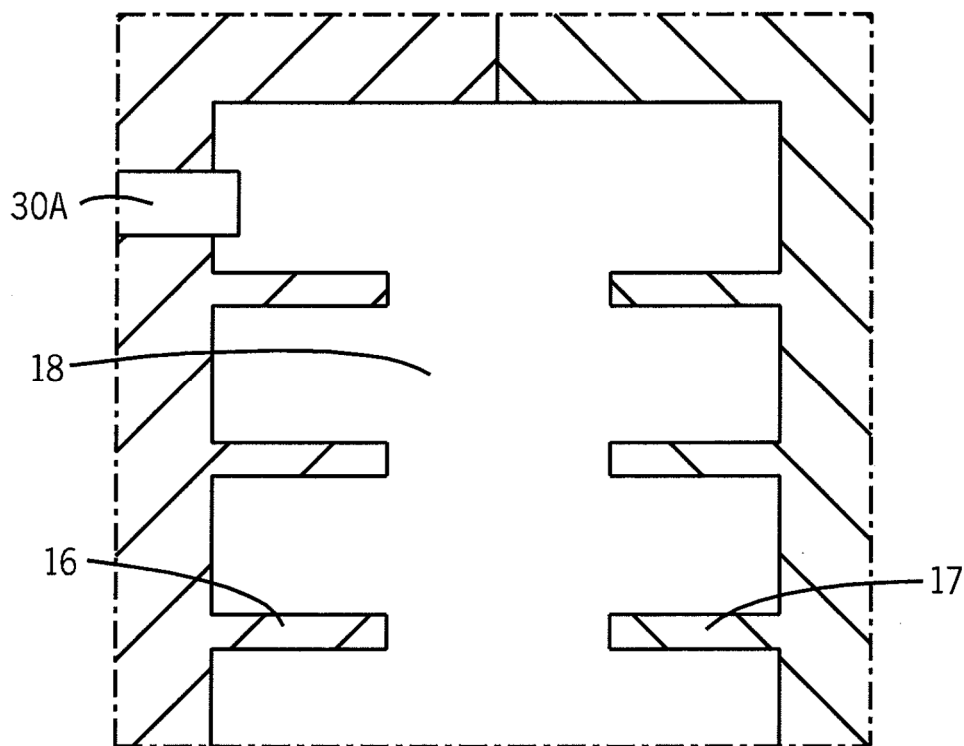


FIG.1A



**FIG. 1B**



**FIG. 1C**

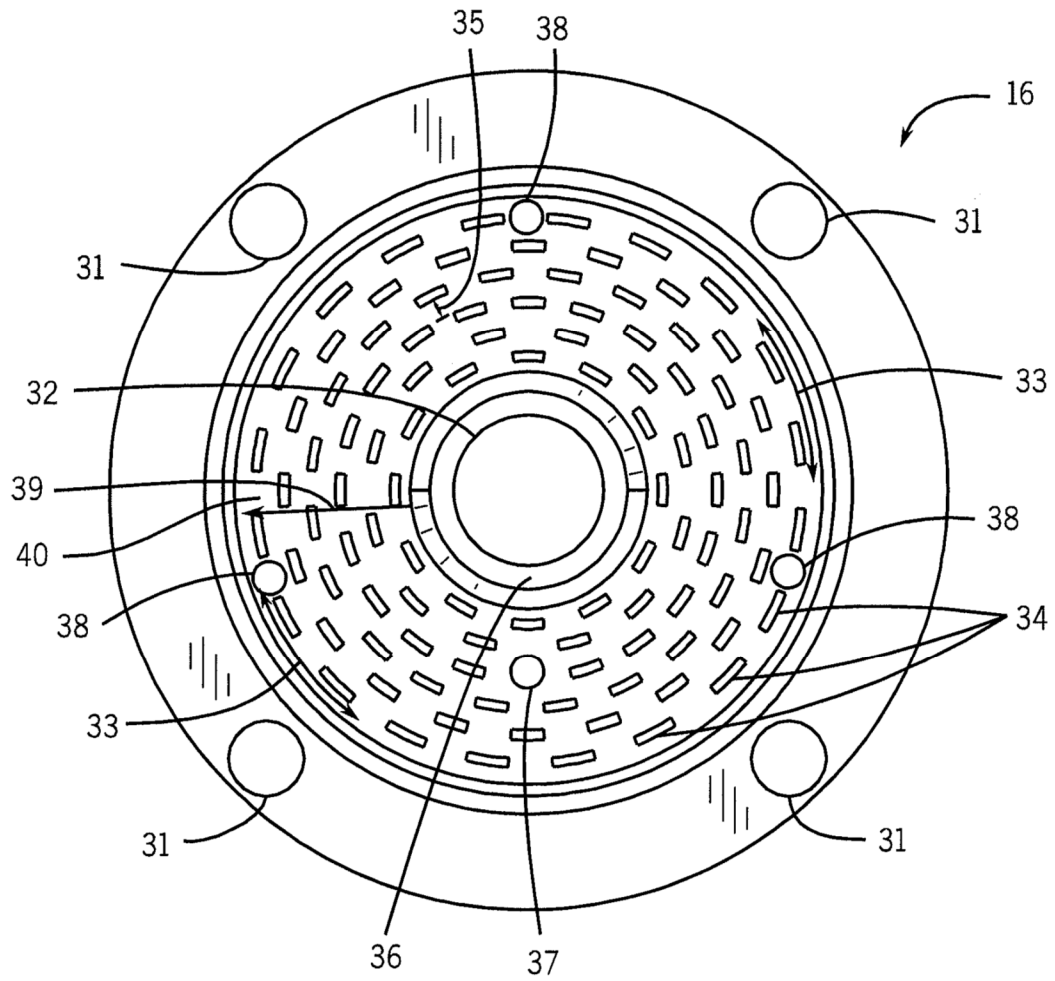


FIG.2