

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

(21) **PI0707705-0 A2**

(22) Data de Depósito: 05/02/2007
(43) Data da Publicação: 10/05/2011
(RPI 2105)



(51) *Int.Cl.:*
C08K 5/1575

(54) Título: **COMPOSIÇÕES E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE ARTIGOS CLARIFICADOS**

(30) Prioridade Unionista: 07/02/2006 US 11/349,021

(73) Titular(es): MILLIKEN & COMPANY

(72) Inventor(es): Jennifer Rockwood, Nathan a. Mehl, Todd D. Danielson

(74) Procurador(es): DANNEMANN, SIEMSEN, BIGLER & IPANEMA MOREIRA

(86) Pedido Internacional: PCT US2007003182 de 05/02/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/092462 de 16/08/2007

(57) Resumo: COMPOSIÇÕES E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE ARTIGOS CLARIFICADOS. Os artigos termoplásticos podem ser fabricados tendo um grau elevado de apelo visual para os consumidores. Os agentes clarificantes podem ser empregados como aditivos em tais artigos termoplásticos para produzir artigos com alta claridade. Um agente de coloração pode ser misturado com os agentes clarificantes para formar uma primeira mistura, e depois uma tal primeira mistura pode ser aplicada em cargas muito baixas para formar um artigo polimérico clarificado. E possível obter um benefício visual perceptível enquanto se usa cargas muito baixas de agente de coloração em uma poliolefina, tal como polipropileno. Negro-de-fumo é um pigmento que pode fornecer tais benefícios perceptíveis no polipropileno.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÕES E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE ARTIGOS CLARIFICADOS**".

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Polímeros tais como polipropileno podem ser preparados em artigos tendo turvação reduzida mediante a adição de agentes clarificantes no polímero. Os artigos plásticos sólidos tais como recipientes para armazenagem de alimentos, produtos plásticos domésticos, e outros mais são comumente tornados claros pela adição de agentes clarificantes nos polímeros. Os agentes clarificantes são comumente adicionados aos polímeros como parte de uma pré-mistura em "embalagem de aditivo" que pode conter além de agentes clarificantes um ou mais dos seguintes: antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes de deslizamento, estabilizantes de luz, branqueadores óticos e absorvedores de luz UV.

Referindo-se agora à Figura 1, no uso convencional de agentes clarificantes, vários aditivos plásticos costumeiros podem ser combinados com um agente clarificante. Depois, a mistura pode ser misturada com intensidade baixa ou elevada. Um polímero é adicionado, e depois a batelada resultante pode ser misturada, seguida pela composição térmica para formar um polímero. Um processo de formação tal como moldagem por injeção, termoformação, moldagem de sopro com estiramento por injeção ("ISBM"), ou moldagem de sopro por extrusão ("EBM") pode ser executado na fabricação de artigos.

Algumas vezes um agente de coloração (que pode estar na forma de uma masterbatch pré-misturada com polímero) é adicionado durante ou exatamente antes do processo de formação, como na Figura 1. Este procedimento é uma maneira em que os plásticos são coloridos na indústria. Uma carga de corante relativamente elevada de 500 a 1000 partes por milhão (ppm) pode ser misturada e adequadamente dispersa em um plástico desta maneira. Para cargas na faixa de cerca de 500 a 1000 ppm, este procedimento é satisfatório. Um processo convencional é adequado para a aplicação de um grau elevado de cor para produzir artigos plásticos brilhantemente coloridos para uso diário.

É difícil adequadamente dispersar um aditivo em um plástico ou polímero em níveis de concentração de aditivo extremamente baixos. Por exemplo, a dispersão de um aditivo em um polímero em níveis de carga muito baixos de aditivo geralmente requer várias etapas. Por exemplo, um aditivo pode ser adicionado a um polímero em um “enfraquecimento” para levar o aditivo para dentro de uma faixa de aproximadamente 10.000 de partes per milhão (ppm). Todas as relações são nesse particular em peso a não ser que de outra maneira especificada. Depois, uma outra etapa de “enfraquecimento” pode ser necessária para levar um aditivo para dentro de uma faixa de algumas centenas de ppm. Às vezes, um terceiro enfraquecimento pode ser necessário para levar um aditivo a uma faixa de menos do que cerca de 10 ppm, ou menos do que 5 ppm. Assim, a aplicação de aditivos em uma faixa de apenas alguns ppm deve ser feita em etapas distintas, e geralmente não pode facilmente ser executada convencionalmente usando equipamento de fabricação típico em apenas uma etapa. Fica difícil alcançar dispersão adequada e homogênea do aditivo no polímero. A dispersão é muito difícil de alcançar quando se utiliza cargas muito baixas de um aditivo. Obter um grau muito elevado de dispersão em cargas baixas é difícil e consome tempo na maioria das aplicações de fabricação de polímero.

Existe uma pesquisa contínua na indústria com relação aos aditivos que melhorarão a aparência visual ou claridade de artigos poliméricos. No caso de artigos plásticos substancialmente não coloridos (“transparentes”), é comum conduzir o teste de turvação para determinar o nível de turvação apresentado por um artigo plástico clarificado ou placa. Em geral, a aparência visual de um artigo plástico é comercialmente significativa na indústria de fabricação de plásticos.

Os artigos plásticos tais como recipientes de armazenagem tipicamente são empilhados para exposição em lojas de varejo. Quando quatro ou cinco artigos plásticos não coloridos (tais como recipientes de armazenagem de alimento) são empilhados em uma prateleira de venda a varejo, a turvação coletiva da pilha é “multiplicada” com base no número de artigos na pilha. Desta maneira, um artigo (produto) que pode de outra maneira parecer

ser transparente quando visto isoladamente pode não parecer ser de perto tão transparente quando quatro ou cinco ou mais artigos semelhantes são empilhados e aninhados um com o outro em uma prateleira de venda a varejo.

5 Os consumidores julgam o plástico transparente altamente desejável em muitas aplicações de produto. Por exemplo, no caso de recipientes de armazenagem, os consumidores podem desejar ver os conteúdos do recipiente. Os recipientes que são transparentes podem inspirar um prêmio no mercado para os recipientes de armazenagem. Os aditivos que melhoram a
10 aparência visual do plástico são muito desejáveis. Os aditivos plásticos que melhoram a aparência visual dos artigos plásticos quando tais artigos são empilhados ou aninhados são muito desejáveis. Esta invenção é endereçada para produzir tais melhoras.

BEVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

15 Uma descrição completa e facilitada desta invenção, incluindo o melhor modo apresentado a uma pessoa versada na técnica, é exposta neste relatório descritivo. A Figura 2 mostra uma maneira de praticar a invenção em que uma primeira mistura de agente clarificante e agente de coloração é produzida. A Figura 3 mostra uma modalidade alternativa da invenção, em
20 que um precursor de aditivo de agente de coloração é empregado. A Figura 4 mostra ainda uma outra modalidade em que uma masterbatch de carga de agente de coloração baixa é empregada.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

25 Foi descoberto que cargas muito baixas de agentes colorantes, quando altamente dispersas em um polímero, fornecem benefícios visuais acentuados a um artigo plástico produzido com tal polímero. Em cargas muito baixas (isto é, menos do que cerca de 5 ppm em peso), tais agentes colorantes quando aplicados na prática da invenção geralmente não estão em uma concentração bastante elevada para colorir o artigo plástico em qual-
30 quer grau significativo. Assim, o artigo plástico permanece essencialmente claro, e é denominado "substancialmente não colorido" ou "substancialmente incolor" como medido por métodos instrumentais, tais como espectrofotôme-

tro.

Em algumas aplicações, os valores de turvação medidos (% de turvação) são substancialmente inalterados a partir dos artigos de controle padrão produzidos sem o agente de coloração. No entanto, indivíduos de teste humano relatam uma clareza e aparência muito desejáveis de tais artigos. Os números estatisticamente significativos de observadores humanos indicam que os artigos produzidos desta maneira são bastante claros e visualmente desejáveis, mesmo embora a medida de turvação percentual não possa ser reduzida.

O benefício visual acentuado acredita-se ser devido à presença em cargas muito baixas de agente de coloração no polímero. Os agentes colorantes, que tipicamente são usados para conceder cor visível em tais plásticos, podem em níveis de carga muito baixos realmente produzir plástico transparente parecendo ainda mais claro. Este tipo de uso de agentes colorantes é contrário às aplicações mais convencionais de agentes colorantes.

O efeito de tais agentes colorantes na melhora da aparência do artigo é mais pronunciado quando o agente de coloração for altamente disperso. Imagens, tais como fotografias, colocadas atrás de uma tal placa (ou lâmina fina de plástico) às vezes parecem testar os objetos humanos para serem mais chamativos e brilhantes do que as mesmas imagens colocadas atrás das placas de controle produzidas sem tais agentes colorantes altamente dispersos. O mecanismo exato para este efeito visual não é conhecido, mas o efeito foi documentado no curso do desenvolvimento desta invenção.

Uma composição é fornecida que compreende um agente clarificante, e um agente de coloração insolúvel em água. O agente de coloração insolúvel em água pode ser compreendido de pelo menos um pigmento. O termo insolúvel em água é planejado para significar menos do que cerca de 0,1 grama que dissolve em 100 gramas de água em temperatura ambiente. A relação de partes de agente de coloração para partes de agente clarificante é de cerca de 50 a 10.000 partes a 1 milhão de partes. Em uma modali-

dade, o agente clarificante compreende um derivado de dibenzilideno sorbitol. Uma composição de resina de polipropileno clarificada pode ser formada pela mistura da composição com polipropileno. Em algumas aplicações específicas da invenção, a relação de agente de coloração para agente clarifi-
5 cante compreende de cerca de 200 a 5.000 partes de agente de coloração para 1 milhão de partes de agente clarificante.

Em algumas aplicações, a composição de resina fornece uma concentração de agente de coloração de menos do que cerca de 5 ppm da composição de resina total. Além disso, a composição de resina pode adi-
10 cionalmente compreender agente clarificante em uma concentração de cerca de 500 ppm a cerca de 5.000 ppm da composição de resina total. Os artigos de fabricação podem ser construídos a partir das composições e/ou resinas.

O agente de coloração insolúvel em água pode ser um agente de coloração preto, mas o preto não é requerido para o agente de coloração
15 na prática da invenção. Em uma modalidade, como mostrado na Figura 3, um precursor de aditivo de agente de coloração é formado. O precursor é produzido mediante a mistura da primeira mistura com um ou mais dos seguintes: antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes deslizantes, estabilizantes de luz, absorvedores de luz UV e/ou branqueadores óticos.

20 Uma composição de masterbatch pode ser produzida (como mostrado na Figura 4) mediante a mistura de uma primeira mistura de agente clarificante e agente de coloração com uma poliolefina, incluindo polipropileno. A composição de masterbatch pode fornecer uma porcentagem de clarificante na composição de masterbatch de cerca de 1 % a cerca de 40 %
25 em peso, para algumas aplicações. Esta masterbatch colorida concentrada depois pode ser aplicada em um processo de formação, que serve para diluir o agente de coloração em níveis de carga muito baixos.

Um artigo de polipropileno de alta claridade pode ser fabricado compreendendo pigmento de negro-de-fumo altamente disperso, em que o
30 pigmento de negro-de-fumo é substancialmente insolúvel em água. O pigmento de negro-de-fumo pode ser fornecido no artigo em uma carga de cerca de 0,25 a cerca de 5 ppm de dito artigo.

Um artigo de polipropileno de alta claridade substancialmente incolor é produzido por um processo de formação de uma primeira mistura. A primeira mistura é compreendida de um agente clarificante e um agente de coloração, em que a dita primeira mistura é dispersa em etapas sucessivas dentro do polipropileno. O agente de coloração ainda compreende pelo me-
5 nos um pigmento, dito agente de coloração sendo fornecido em dito artigo em uma concentração de carga de cerca de 0,25 a cerca de 5 ppm de dito artigo.

Uma composição precursora de aditivo de agente de coloração
10 também pode ser fornecida, em que a composição precursora compreende um agente clarificante, e um agente de coloração insolúvel em água. O agente de coloração insolúvel em água é compreendido de pelo menos um pigmento. A composição ainda compreende uma relação de cerca de 50 a 10.000 partes de agente de coloração para 1 milhão de partes de agente
15 clarificante. A composição emprega pelo menos um outro aditivo. O outro aditivo é selecionado do grupo de: antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes de deslizamento, estabilizantes de luz, branqueadores óticos e absorvedores de luz UV. O precursor de aditivo de agente de coloração como definido pode ser usado ou misturado com um polímero tal como polipropile-
20 no. Uma composição de resina de polipropileno clarificada pode ser formada mediante a mistura da composição com polipropileno, a composição de resina tendo uma concentração de agente de coloração de menos do que cerca de 5 ppm da composição de resina total. Tal composição de resina adicionalmente pode compreender um agente clarificante em uma concentração
25 de cerca de 500 ppm a cerca de 5.000 ppm da composição de resina total. Um artigo de fabricação das composições de resina como definidas acima pode também ser formado no método da prática da invenção.

Um método de produção de um artigo termoplástico clarificado com um agente de coloração altamente disperso é divulgado na prática da
30 invenção. O método se refere ao uso de um agente clarificante e um agente de coloração, em que o agente de coloração fornece pelo menos um pigmento. Então, o agente de coloração é misturado com o agente clarificante

para formar uma primeira mistura. A primeira mistura é misturada com polímero para formar uma composição de resina composta. É possível desta maneira produzir artigos termoplásticos clarificados com agente de coloração altamente disperso em ditos artigos, fornecendo atração melhorada para o consumidor, e aparência melhorada. O agente de coloração empregado no método pode ser fornecido em uma carga de cerca de 0,25 a cerca de 5 ppm de dito artigo. O agente de coloração pode ser um agente de coloração insolúvel em água. Para muitas aplicações, o agente clarificante é um derivado de DBS. Os artigos de fabricação resultantes do método podem ser produzidos a partir de um de muitos processos de formação, incluindo, por exemplo, os seguintes processos de formação: moldagem por injeção, moldagem de sopro por extrusão, moldagem de sopro com estiramento por injeção, e termoformação.

As cargas baixas de tais agentes colorantes podem ser dispersas em um polímero usando muitos métodos diferentes. No entanto, alcançar dispersão elevada é um desafio significativo. Como mostrado na Figura 2, um método de alcançar uma dispersão adequada de agentes colorantes em tais artigos é obtido pela aplicação de um agente clarificante com o agente de coloração para primeiro formar um agente clarificante/agente de coloração, ou "primeira mistura". A primeira mistura tipicamente é particulada na forma. A primeira mistura pode opcionalmente ser combinada com polímero, ou com um aditivo "acondicionamento" (isto é, antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes de deslizamento, estabilizantes de luz, branqueadores óticos e absorvedores de UV). A primeira mistura e os itens opcionais podem ser misturados em um misturador. Quer sim quer não esta etapa de mistura é praticada, uma próxima etapa é a adição de polímero opcional, que possui o efeito de ainda dispersar o agente de coloração. Depois, a mistura é empregada em uma etapa de mistura única hélice ou de duas hélices, usando a aplicação de calor. A formação de grânulos é comum, e tais grânulos depois podem ser armazenados durante um tempo, ou alternativamente empregados imediatamente em um processo de formação. O resultado é um artigo polimérico clarificado com um agente de coloração altamente disperso

no artigo em cargas muito baixas.

Em geral, o uso de uma primeira mistura de agente clarificante com agente de coloração como na Figura 2 possui vantagens substanciais. O uso da primeira mistura (isto é, que inclui pelo menos agente clarificante e
5 agente de coloração) tende a alcançar uma maior dispersão em cargas muito baixas. Além disso, os artigos produzidos usando esta primeira mistura possuem aparência visual melhorada. Assim, a técnica de utilizar uma tal primeira mistura é julgada ser vantajosa.

Uma maneira alternativa da prática da invenção é mostrada na
10 Figura 3. Esta figura mostra a mistura de um agente clarificante, um agente de coloração, e uma quantidade opcional de polímero (e com aditivos opcionais) para formar um precursor de aditivo de agente de coloração. Os aditivos opcionais podem ser um acondicionamento de aditivo típico, incluindo um ou mais dos seguintes: antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes de
15 deslizamento, estabilizantes de luz e/ou estabilizantes de luz UV, branqueadores óticos. O precursor deve incluir ou polímero ou aditivo opcional. O precursor de aditivo de agente de coloração depois é opcionalmente misturado com o polímero e depois composto. Um processo de formação emprega os grânulos para produzir um artigo polimérico clarificado com um agente de
20 coloração altamente disperso no artigo em níveis de carga muito baixos.

Mais uma outra modalidade da invenção é ilustrada na Figura 4. Esta figura mostra uma aplicação da invenção que se refere a fabricação de uma masterbatch de carga de agente de coloração baixa. Isto é, uma masterbatch de polímero que possui uma quantidade baixa de agente de coloração quando comparado com uma masterbatch típica para tais aplicações.
25 Neste processo, um agente clarificante é combinado com um agente de coloração (e opcionalmente, com a mesma quantidade de polímero) e depois misturado. O resultado da mistura pode ser misturado em mais uma outra etapa com polímero, para ainda dispersar o agente de coloração. A composição segue, com calor aplicado para formar um masterbatch de agente de
30 coloração inferior. Então, a masterbatch pode ser formada em grânulos para uso futuro, ou pode alternativamente ser aplicada imediatamente a um pro-

cesso de formação. No processo de formação, um polímero é adicionado para formar um artigo polimérico clarificado tendo nele um agente de coloração altamente disperso no artigo em concentração muito baixa.

Pigmentos e Tinturas

5 Os agentes colorantes diferentes de negro-de-fumo são comumente usados em termoplásticos e são úteis na prática da invenção. Os pigmentos podem ser geralmente classificados como orgânicos ou inorgânicos, e o negro-de-fumo é um exemplo de um pigmento inorgânico. Na prática da invenção, um agente de coloração insolúvel em água tendo pelo me-
10 nos um pigmento é empregado.

As tinturas também podem ser empregadas amplamente em termoplásticos. Entretanto, as tinturas são conhecidas de migrar dos plásticos, que é indesejável. As tinturas geralmente não possuem nenhuma afinidade química com relação as poliolefinas, produzindo-as geralmente inade-
15 quadas para aplicações tais como embalagem de contanto com alimentos ou brinquedos de criança, especialmente quando usadas em cargas elevadas para produzir tons escuros. Desta maneira, as tinturas são geralmente menos adequadas do que os pigmentos para aplicação na invenção. Embora seja possível utilizar uma tintura em mistura com um ou mais pigmentos na
20 prática da invenção, a invenção é mais provável de fornecer benefícios vantajosos quando os pigmentos forem empregados. O negro-de-fumo é um tipo de pigmento que foi observado ser bastante adequado na prática da invenção.

Uma cor preta em termoplásticos pode ser obtida por um agente
25 de coloração único, tal como negro-de-fumo. Pode também ser obtida pela mistura de vários pigmentos coloridos diferentes e/ou tinturas com certas características para produzir a cor preta desejada. Os pigmentos empregados na invenção podem ser preto, roxo ou azul, mas o preto acredita-se ser particularmente adequado. Na maior parte das aplicações, pelo menos um
30 pigmento pode deve estar presente no agente de coloração aplicado na prática da invenção.

Os agentes colorantes podem ser empregados na invenção em

que um pigmento forma pelo menos uma parte do (senão todo) agente de coloração. As misturas de pigmentos e tinturas, no entanto, podem ser empregadas como o agente de coloração. Um agente de coloração, "Holcoprill", que é mostrado nos exemplos anexos, foi observado ser eficaz nesta aplicação. Isto ainda é debatido em conexão com os exemplos neste relatório des-
critivo. Este produto é comercialmente vendido pela Holland Colors Com-
pany of Appledorn, Netherlands. Este agente de coloração "Holcoprill" acre-
dita-se ser uma mistura ou mistura de pelo menos uma tintura e pelo menos
um pigmento.

10 A mistura de pigmentos e tinturas é dispersa e mantida junta por
um aglutinante termoplástico, que torna o agente de coloração mais fácil de
dispersar na subsequente formulação de resina do que um pigmento por si
mesmo seria. Um agente de coloração em um aglutinante termoplástico ofe-
rece um outro benefício, sendo a capacidade de facilmente controlar seu
15 tamanho de partícula. Mediante a produção de um tamanho de partícula
menor o agente de coloração pode ser produzido para dispersar mais facil-
mente na subsequente formulação de resina. Mediante a produção do agen-
te de coloração com um tamanho de partícula maior, foi observado que a cor
da primeira mistura pode ser conservada substancialmente livre de cor ou
20 branco. Exemplos da técnica anterior empregando tinturas solúveis ou mis-
cíveis em água demonstram que as misturas resultantes com o clarificante
são substancialmente cinzas na cor, que é menos desejável para aqueles
que usam o clarificante na indústria. Portanto, a capacidade de equilibrar o
tamanho de partícula do agente de coloração; mantê-la pequena o bastante
25 para efetuar boa dispersão na resina final e grande o bastante para manter a
primeira mistura substancialmente livre de cor, que é branca, pode ser espe-
cialmente praticado quando o tamanho de partícula do agente de coloração
puder ser facilmente modificado e controlado, como é o caso com um agluti-
nante termoplástico.

30 Outros pigmentos podem ser eficazmente utilizados em conexão
com a prática da invenção. Por exemplo, o negro-de-fumo isoladamente ou
combinado com outros agentes colorantes ou branqueadores óticos pode

ser eficazmente empregado.

5 Acredita-se ainda que os agentes colorantes que compreendem espécies não solúveis em água são particularmente úteis, quando as espécies não solúveis em água forem mais prováveis de alcançar a United States Food and Drug Administration (FDA) ou outra aprovação reguladora para uso nos produtos que entram em contato com o alimento ou medicamento para consumo humano. Os agentes colorantes insolúveis em água são geralmente menos prováveis de migrar (ou "extrair") para fora do artigo plástico fabricado, desse modo fornecendo benefícios substanciais comparados com os agentes colorantes solúveis em água menos desejáveis. Assim, um aspecto da invenção é o emprego de agentes colorantes insolúveis em água na prática da invenção.

Negro-de-fumo

15 O negro-de-fumo é um pigmento de um carbono elementar em uma forma que é diferente do diamante, coques, carvão vegetal e grafita. Ele consiste em partículas geralmente esféricas tendo tamanho de partícula fina.

 O negro-de-fumo é um produto comercial fabricado pela decomposição térmica ou combustão incompleta de compostos de hidrogênio de carbono. O negro-de-fumo possui uma morfologia bem definida com um teor mínimo de alcatrão ou outros materiais irrelevantes, e é geralmente insolúvel em água.

 A Cabot Corporation of Massachusetts, USA fabrica negro-de-fumo por sujeitar a carga de alimentação oleosa residual pesada a temperaturas extremamente elevadas em um processo de combustão cuidadosamente controlada. O negro-de-fumo é muitas vezes erradamente concebido como uma forma de fuligem, mas o negro-de-fumo é fabricado sob condições controladas, visto que a fuligem é aleatoriamente formada. Os dois podem ser distintos mediante a análise do alcatrão, teor de cinza e impurezas. O negro-de-fumo é usado como um pigmento para tintas de escrever, tintas de pintar e tonalizadores, em aplicações de plástico tais como embalagem condutora, películas, fibras, moldagens e tubos, em revestimentos marinhos, aeroespaciais e industriais, e em pneus e produtos de borracha industriais.

O negro-de-fumo particulado tipicamente é fabricado pela combustão incompleta de uma carga de alimentação aromática pesada em uma chama quente de ar e gás natural (preaquecidos). As “unidades” primárias de negro-de-fumo são agregados, que são formados quando as partículas colidem e fundem entre si na zona de combustão de um reator. Vários destes agregados podem ser mantidos juntos por forças fracas para formar os aglomerados. Uma ampla faixa de tipos de negro-de-fumo pode ser preparada pela manipulação controlada das condições de reator. A invenção não é limitada a qualquer tipo particular de negro-de-fumo, e essencialmente qualquer tipo comercial conhecido de negro-de-fumo pode ser empregado na prática da invenção.

Termoplástico

Como aqui usado, o termo “termoplástico” se refere de uma forma geral a um material polimérico ou polímero que fundirá após exposição a calor suficiente, mas recuperará seu estado solidificado após esfriamento. O “termoplástico” é usado aqui de modo trocável com “polímero” ou “polimérico”. Os tipos particulares de polímeros contemplados dentro de uma tal definição incluem, sem limitação, poliolefinas (tais como polietileno, polipropileno, polibutileno, e qualquer mistura destes), poliamidas (tais como náilon), poliuretanos, poliéster (tal como tereftalato de polietileno), e outros mais (assim como quaisquer misturas destes).

Os termoplásticos têm sido utilizados em uma variedade de aplicações de uso final, incluindo recipientes de armazenagem, dispositivos médicos, embalagens alimentícias, tubos plásticos e canos, unidades de prateleiras, e outros mais. Tais composições de base, no entanto, devem apresentar certas características físicas de modo a permitir o uso corrente. Especificamente dentro das poliolefinas, por exemplo, a uniformidade na disposição dos cristais após a cristalização é uma necessidade para fornecer um artigo de poliolefina eficaz, durável e versátil. De modo a obter tais propriedades físicas desejáveis, tem sido conhecido que certos compostos e composições fornecem sítios de nucleação para o cristal de poliolefina desenvolvido durante a moldagem ou fabricação. Geralmente, as composições con-

tendo tais compostos de nucleação cristalizam em uma taxa muito mais rápida do que a poliolefina não nucleada. Tais compostos e composições que fornecem temperaturas de cristalização mais fixas e mais elevadas são popularmente conhecidos como nucleares. Tais compostos fornecem sítios de nucleação para o desenvolvimento de cristal durante o esfriamento de uma
5 formulação de fusão termoplástica.

Agentes Clarificantes

O uso de agentes clarificantes pode aumentar a temperatura de cristalização e a taxa de cristalização na prática da invenção. As composi-
10 ções contendo tais compostos clarificantes se cristalizam em uma taxa muito mais rápida do que as poliolefinas não-nucleadas. No entanto, estes agentes são usados também para o seu efeito de clarificação nos artigos formados finais, que são de turvação baixa e, portanto, são desejáveis.

Os agentes clarificantes da mesma forma às vezes fornecem
15 sítios de nucleação para o desenvolvimento de cristal durante o esfriamento de uma formulação de fusão termoplástica. A presença de tais sítios de nucleação resulta em um maior número de cristais menores. Como um resultado dos cristais menores aqui formados, a clarificação do termoplástico alvo pode ser obtida. No entanto, excelente claridade não é sempre um resultado.
20 Quanto mais uniforme (e menor) o tamanho de cristal, tanto menos luz é dispersa. Assim, a claridade do próprio artigo termoplástico pode ser melhorada. Desta maneira, os compostos clarificantes termoplásticos são importantes para a indústria, quando eles podem fornecer claridade acentuada, propriedades físicas melhoradas e processamento mais rápido.

25 Os derivados de dibenzilideno sorbitol são compostos clarificantes, comumente usados nos produtos finais de polipropileno. Estes são tipicamente vendidos na forma particulada. Os compostos tais como 1,3-O-2,4-bis(3,4-dimetilbenzilideno) sorbitol (em seguida "DMDBS"), disponíveis da Milliken and Company sob o nome comercial Millad® 3988, fornecem excelentes características de nucleação e clarificação para o polipropileno. Ou-
30 tros compostos clarificantes com base em DBS podem ser empregados, incluindo aqueles com outros grupos substituídos na parte de sorbitol da mo-

lécula, ou após a parte do anel de benzeno da molécula.

Outros compostos de agente clarificante podem ser empregados, tais como bis[2,2'-metileno-bis-(4,6-di-terc-butilfenil)fosfato] (da Adeka Palmarole SAS of France, conhecido como "NA-21™"). Em geral, essencialmente qualquer agente clarificante pode ser empregado na prática da invenção.

A invenção não é limitada ao uso de agentes clarificantes que são derivados de DBS, embora acredita-se que a invenção pode ser praticada em uma maneira mais vantajosa usando derivados de DBS.

10 Processos de Formação e Aplicações

Moldagem por Injeção. Um princípio básico de moldagem por injeção é a capacidade de um termoplástico ser amolecido mediante o aquecimento e forçado sob pressão em uma cavidade de molde que é apertada conjuntamente. O resultado é um termoplástico que é solidificado na forma do molde, assim criando a peça. Os grânulos de resina podem ser despejados em um depósito alimentador, um recipiente de fundo aberto grande, que alimenta os grânulos para baixo na hélice. Quando um motor gira a hélice, os grânulos são movidos para frente onde eles sofrem pressão e fricção extremas que, junto dos aquecedores ao redor da hélice, geram o calor que funde os grânulos. A pressão de retorno pode ser fornecida a partir de uma bomba hidráulica até a hélice quando ela funde o plástico para aplicar mais energia, resultando em mais mistura do plástico fundido. A resina fundida é forçada para fora da outra extremidade do cilindro através de um bocal (processo de injeção) em um molde relativamente frio, mantido fechado pelo mecanismo de aperto. A fusão esfria e endurece, e o molde se abre, ejetando a peça moldada. A moldagem por injeção é amplamente usada para a fabricação de uma variedade de partes, do menor componente até painéis de corpo inteiro de carros, por exemplo.

Moldagem de Sopros por Extrusão (EBM). A moldagem de sopros por extrusão, o plástico é fundido e extrusado em um tubo oco (chamado de forma preliminar). A forma preliminar é depois capturada mediante o seu fechamento em um molde de metal esfriado. Ar pressurizado é soprado dentro

da forma preliminar, inflando-a na forma do molde. Após o plástico ter esfriado suficientemente, o molde é aberto e a peça é ejetada.

A moldagem de sopro é destinada para uso na fabricação de peças de plástico ocas. Sua principal vantagem é a capacidade de produzir formas ocas sem ter de unir duas ou mais partes separadamente moldadas. Exemplos de partes produzidas pelo processo de EBM incluem recipientes diários, frascos de xampu, e peças industriais ocas tais como tambores. A extrusão é o processo de compactar e fundir um material plástico e forçá-lo através de um orifício em uma maneira contínua. O material é movido através do barril da máquina aquecido por uma hélice helicoidal (ou hélices), onde é aquecido e misturado em um estado homogêneo e depois forçado através de um molde da forma requerida para o produto acabado.

Moldagem de Sopro com Estiramento por Injeção (ISBM). No processo de moldagem de sopro com estiramento por injeção, o plástico é primeiro moldado em uma pré-forma usando o processo de moldagem por injeção, depois estirado e soprado em um frasco. Este processo pode ocorrer completamente em um estágio, ou o processo pode ser de dois estágios, com a pré-forma sendo deixada esfriar entre os estágios. No sistema de dois estágios, as pré-formas moldadas são reaquecidas (tipicamente usando aquecedores de infravermelho) e estiradas com uma vareta de núcleo enquanto os frascos estão sendo soprados em dois estágios de pressão. O estiramento de alguns polímeros resulta no endurecimento com tensão da resina, que permite os frascos resistirem a deformação sobre a pressão formada por bebidas carbonatadas. As aplicações principais deste método são garrafas, jarras e outros recipientes.

Termoformação (TF). A termoformação é um processo de formação de lâmina ou película termoplástica em uma peça. A lâmina ou película passa entre os aquecedores para a sua formação de temperaturas, depois é estirada durante ou em um molde de superfície única com temperatura controlada. A lâmina é mantida contra a superfície do molde até que esfriada, e depois a parte formada é adornada a partir da lâmina. A lâmina pode ser formada aos contornos de um molde por meios mecânicos (por exemplo,

ferramentas, moldes sólidos, etc) ou meios pneumáticos (por exemplo, puxar com um vácuo ou empurrar com ar comprimido).

- Exemplos de produtos termoformados são louças para a mesa, xícaras, bandejas de comida e produtos, caixas de papelão para ovos, re-
- 5 vestimentos de refrigerador, caixas de computador, peças automotivas internas e externas, empolas para acondicionamento, e outros.

Exemplos de 1 a 10

Preparação de primeiras misturas de clarificante e adição na resina de polipropileno

- 10 Cem (100,0) gramas de agente clarificante foram misturados com um agente de coloração em um processador de alimento Cuisinart Classic (Model DFP-14BCN) durante aproximadamente de 0,5 a 1,0 minuto.

Tabela 1: Primeiras Misturas de Clarificante

Exemplo	Tipo de clarificante	Tipo de agente de coloração	Quantidade de agente de coloração	Relação de agente de coloração para clarificante
1	Millad® 3988	nenhum	0	0
2	Millad® 3988	Cabot Black Pearls 4350	0,100g	1000
3	Millad® 3988	Columbian Chemicals Raven 410	0,100g	1000
4	Millad® 3988	Holland Color Holcobatch 932216	0,250g	2500
5	Millad® 3988	Holland Color Holcoprill 175,1767	0,250g	2500
6	NA-21	None	0	0
7	NA-21	Cabot Black Pearls 4350	0,100g	1000
8	NA-21	Holland Color Holcobatch 932216	0,250g	2500
9	Millad® 3940	None	0	0
10	Millad® 3940	Columbian Chemicals Raven 410	0,100g	1000

Observação: "Millad" e "Millad 3988" são marcas comerciais registradas da Milliken and Company. "NA-21" é uma marca comercial e produto da Adeka Palmarole SAS of France.

A mistura de agente clarificante e agente de coloração (primeira
5 mistura clarificadora) foi misturada com 500 gramas de uma resina de copolí-
mero aleatório de polipropileno 11 MFR (Taxa ou Índice de Fluxo de Fusão)
(Basell AS-849) e acondicionamento de aditivo padrão (isto é, 500 ppm de
Irganox 1010, 1000 ppm de Irgafos 168 e 800 ppm de Estearato de Cálcio,
CaSt) usando um misturador de fita Gardner durante cinco minutos em apro-
10 ximadamente 200 a 220 rpm (Velocidade Fixada 5). A mistura foi depois
combinada por fusão em um Prism de 16 mm de diâmetro, extrusor de rosca
dupla co-rotativa 25:1 L/D. A resina composta por fusão foi moldada por
injeção usando um 40-ton Arburg AllRounder 221K para produzir vinte pla-
cas de teste de 2,00" x 3,00" x 0,05", que foram coletadas em ordem se-
15 quencial. A resina foi processada no moldador usando uma temperatura de
barril de perfil plano de 230 °C e nenhuma pressão de retorno. O valor de
cor L* foi depois avaliado para cada placa usando um computador de cor
Gretag MacBeth Color-Eye 7000A para determinar a variação de tom placa a
placa, como medido pelo desvio padrão dos valores L*. L* é uma medida de
20 cor na escala de branco para preto. Varia de um valor máximo de 100 para
branco puro a 0 para preto puro. A avaliação de seu desvio padrão sobre
uma série de 20 placas sequenciais é uma medida direta da dispersão do
agente de coloração. Esta medição foi tirada no modo de refletância com
uma visão de área grande usando uma fonte de luz fluorescente branca fria
25 e um observador a 10°. A turvação percentual foi medida usando um medi-
dor da intensidade de turvação BYK Gardner Hazegard Plus de acordo com
ASTM D1003.

Tabela 2: Incorporação da Primeira Mistura de Clarificante na Resina de Polipropileno

Exemplo	Primeira mistura de clarificante	L*		% de turvação	Clarificante na resina final, ppm	Agente de coloração na resina final, ppm.
		Média	Desvio padrão			
1	1,0g	90,931	0,028	9,5	2000	0
2	1,0g	89,635	0,031	10,1	2000	2
3	1,0g	89,619	0,034	9,9	2000	2
4	1,0g	88,929	0,061	9,7	2000	5
5	1,0g	87,837	0,141	9,4	2000	5
6	1,0g	90,383	0,026	15,0	2000	0
7	1,0g	88,297	0,029	14,7	2000	2
8	1,0g	89,680	0,023	14,8	2000	5
9	1,0g	90,851	0,035	10,6	2000	0
10	1,0g	89,762	0,042	10,7	2000	2

Exemplo de 11 a 12

5 Preparação de precursor de aditivo de agente de coloração e adição na resina de polipropileno

Um agente clarificante, agente de coloração e um acondicionamento de aditivo padrão foram misturados entre si usando um processador de alimento como descrito nos exemplos de 1 a 10 com o tempo de mistura listado na Tabela 3 abaixo.

10

Tabela 3: Precursor de Aditivo de Agente de coloração

Exemplo	11	12
Tipo de clarificante	Millad® 3988	NA-21
Quantidade de clarificante	46,490g	46,460g
Tipo de agente de coloração	Columbian Chemicals Raven 410	Holland Color Holcobatch 932216
Quantidade de agente de coloração	0,046g	0,116g
Relação de agente de coloração para clarificante (ppm)	989	2497
Quantidade de Irganox 1010	11,630g	11,610g
Quantidade de Irgafos 168	23,250g	23,230g
Quantidade de estearato de cálcio	18,600g	18,580g
Tempo de mistura (minutos)	1,00	3,00

A mistura de agente clarificante, agente de coloração e acondicionamento de aditivo padrão foi depois misturada com 500 gramas de uma resina de copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR usando um mistura-

15

dor de fita de acordo com o método descrito nos exemplos de 1 a 10. A mistura foi depois combinada por fusão em um extrusor de rosca dupla e moldada por injeção para produzir vinte placas de teste de 2,00" x 3,00" x 0,05" de acordo com o processo descrito nos exemplos de 1 a 10. Os valores de cor L* foram depois avaliados usando um computador de cor Gretag MacBeth como descrito nos exemplos de 1 a 10 para determinar a variação de tom placa a placa. A turvação percentual foi medida usando um medidor da intensidade de turvação BYK Gardner Hazegard Plus de acordo com ASTM D1003.

10 Tabela 4: Incorporação de precursor de aditivo de agente de coloração na resina de Polipropileno

Exemplo		11	12
Quantidade de precursor de aditivo de agente de coloração		2,15g	2,15g
Carga de clarificante final (ppm)		1999	1998
Carga de agente de coloração final (ppm)		1,98	4,99
L*	Média	89,778	89,305
	Desvio padrão	0,028	0,048
% de turvação		9,6	14,6

Exemplos 13 e 14

Preparação de masterbatch com carga de agente de coloração baixa e adição na resina de polipropileno

15 Cinquenta (50,0) gramas de Millad® 3988, um agente clarificante; agente de coloração; e um pó de copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR criotriturado (Total 7620Z) foram misturados entre si em um processador de alimento Cuisinart Classic (Model DFP-14BCN) durante aproximadamente cinco minutos. A mistura foi depois composta por fusão em um extrusor de rosca dupla de acordo com o método descrito nos exemplos de 1 a 10.

Tabela 5: Masterbatch com Carga de Agente de coloração Baixo

Exemplo	Copolímero aleatório de polipropileno 11 MRF	Tipo de agente de coloração	Quantidade de agente de coloração	Relação de agente de coloração para clarificante (ppm)
13	450,0g	nenhum	N/A	N/A
14	449,95g	Columbian Chemicals Raven 410	0,05g	1000

A mistura concentrada foi depois misturada com 980 gramas de uma resina peletizada de copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR contendo um acondicionamento de aditivo padrão (isto é, 500 ppm de Irganox 1010, 1000 ppm de Irgafos 168 e 800 ppm de CaSt) em um misturador Kitchen Aid durante cinco minutos na colocação de agitação. A mistura foi depois moldada por injeção para produzir vinte placas de teste de 2,00" x 3,00" x 0,05" de acordo com o processo descrito nos exemplos de 1 a 10. Durante a moldagem por injeção pressão de retorno de 350 bar foi também usada para melhorar a dispersão. Os valores de cor L* foram depois avaliados usando um computador de cor Gretag MacBeth como descrito nos exemplos de 1 a 10 para determinar a variação de tom placa a placa. A turvação percentual foi medida usando um medidor da intensidade de turvação BYK Gardner Hazegard Plus de acordo com ASTM D1003.

Tabela 6: Incorporação na Resina de Polipropileno

Exemplo	Masterbatch com carga de agente de coloração baixa	L*		% de turvação
		Média	Desvio padrão	
13	20,0g	91,230	0,217	9,6
14	20,0g	90,016	0,028	12,8

Exemplo 15

A um total de 15 participantes de uma mesa-redonda foram fornecidos um par de placas para comparação onde uma placa continha um

- colorante preto e a outra placa não continha um colorante preto. A composição das placas não foi fornecida para os participantes; eles não foram informados que a amostra continha o colorante preto. As placas foram montadas em uma estrutura de modo a eliminar qualquer efeito de corte com o colorante preto e manter as placas em um alinhamento controlado para a subsequente avaliação. Os participantes foram depois perguntados qual placa parece mais clara e faz o fundo parecer mais vivo. Os fundos de impressão branca sobre o preto e de impressão preta sobre o branco assim como os fundos coloridos foram fornecidos aos participantes para comparação.
- 5 Esta comparação sensata de par foi conduzida com as placas do Exemplo de Patente 1 (sem agente de coloração preto) e do Exemplo de Patente 4 (com agente de coloração preto). Os resultados indicaram que 13 dos 15 participantes escolheram a placa contendo o colorante preto como a placa que pareceu mais clara e produz fundos mais vivos. Em um nível de
- 15 confiança de 96 % (estatisticamente), a placa contendo o colorante preto foi observado ser visualmente mais atrativa.

Efeito do agente de coloração sobre a cor da primeira mistura

- Os pós da primeira mistura de clarificante dos Exemplos de Patente 1, 4 e 5 foram colocados em uma cubeta de 62 mm x 32 mm x 13,5 mm de
- 20 quartzo. O pó foi compactado na cubeta para criar uma superfície lisa de pó contra a superfície da cubeta. O valor de cor L^* foi depois avaliado para cada amostra de pó na cubeta usando um computador de cor Gretag MacBeth Color-Eye 7000A. L^* é uma medida de cor na escala de branco para preto. Varia de um valor máximo de 100 para branco puro a 0 para preto puro. Esta medição
- 25 foi tirada no modo de refletância com uma visão de área grande usando uma fonte de luz fluorescente branca fria e um observador a 10° .

Tabela 7: Valores L^* para os Pós de Primeira Mistura

Exemplo	Pó de primeira mistura de clarificante	L^*
16	Composição do exemplo de patente 1	96,6
17	Composição do exemplo de patente 4	96,3
18	Composição do exemplo de patente 5	96,0

As primeiras misturas da invenção podem apresentar um valor

L* de mais do que 85. Algumas vezes, o valor L* é maior do que 90, em que a primeira mistura pode ser substancialmente branca na cor. Além disso, este exemplo de 16 a 18 da Tabela 7 acima mostra que a incorporação do agente de coloração no clarificante mantém a cor substancialmente branca da primeira mistura, que é comercialmente desejável.

Exemplos Comparativos de 1 a 3 Usando Técnicas de Aplicação de Agente Clarificante, Agente de coloração, e Outros Aditivos em um Copolímero Sem o Uso de uma Primeira Mistura

Um agente clarificante, agente de coloração, acondicionamento de aditivo padrão (isto é, 500 ppm de Irganox 1010, 1000 ppm de Irgafos 168 e 800 ppm de CaSt) e 1000 gramas de um copolímero aleatório 11 MFR foram misturados entre si em um processador de alimento Cuisinart Classic (Model DFP-14BCN) durante aproximadamente de 0,5 a 1,0 minuto, substancialmente como mostrado na Figura 1. O copolímero com aditivos foi depois combinado por fusão em um Prism de 16 mm de diâmetro, extrusor de rosca dupla co-rotativa 25:1 L/D.

Tabela 8: Mistura de Masterbatch de Agente Clarificante/Colorante

E-xem plo	Tipo de clarifi- cante	Quanti- dade de clarifi- cante	Tipo de agente de coloração	Agente de colo- ração	Copolímero aleatório de PP 11 MRF	Relação de agente de colora- ção para clarifican- te, ppm
1	Millad® 3988	2,0g	Cabot Black Pearls 4350	0,1g	1000,0g	50,000
2	Millad® 3988	2,0g	Columbian Chemicals Raven 410	0,1g	1000,0g	50,000

A masterbatch de agente clarificante/colorante foi depois mistu- rada com uma resina peletizada de copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR contendo Millad 3988 (2000 ppm) e um acondicionamento de aditivo padrão (isto é, 500 ppm de Irganox 1010, 1000 ppm de Irgafos 168 e 800 ppm de CaSt) em um misturador Artisan Kitchen Aid durante cinco minutos

- na colocação de agitação. A resina misturada foi moldada por injeção usando um 40-ton Arburg AllRounder 221K para produzir vinte placas de teste de 50,8 mm x 76,2 mm x 1,27 mm (2,00" x 3,00" x 0,05"), que foram coletadas em ordem seqüencial. A resina foi processada no moldador usando uma
- 5 temperatura de barril com perfil plano de 230 °C e 350 bar de pressão de retorno para melhorar a dispersão. O valor de cor L* foi depois avaliado para cada placa usando um computador de cor Gretag MacBeth Color-Eye 7000A para determinar a variação de tom placa a placa. Esta medição foi tirada no modo de refletância com uma visão de área grande usando uma fonte de luz
- 10 fluorescente branca fria e um observador a 10°. A turvação percentual foi também medida usando um medidor da intensidade de turvação BYK Gardner Hazegard Plus de acordo com ASTM D1003.

Tabela 9: Incorporação na Resina de Polipropileno (PP)

Exemplo		1	2	3
Mistura de masterbatch de agente de coloração/clarificante		20,0 g	20,0 g	nenhuma
Copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR com Millad 3988 e acondicionamento de aditivo padrão		980,0 g	980,0 g	1000,0 g
L*	Média	89,922	90,580	91,658
	Desvio padrão	0,390	0,152	0,019
% de turvação		7,6	8,0	7,7
Carga de clarificante final, ppm		2000	2000	2000
Carga de agente de coloração final, ppm		2	2	0

- 15 Os exemplos comparativos de 1 a 3 mostram os resultados da mistura do agente de coloração preto em uma masterbatch, e depois a formação de um artigo no processo de moldagem por injeção. O exemplo comparativo 1 pode ser comparado diretamente com o exemplo de patente 2, quando eles forem a mesma composição final. Ambos os exemplos resultam
- 20 aproximadamente na mesma queda no valor de L* a partir da adição do agente de coloração em carga baixa. O desvio padrão do valor de L* é muito mais elevado no exemplo comparativo 1, indicando que a dispersão do agente de coloração não é tão boa, resultando em uma variação da cor dos artigos finais, que não é desejável. Isto é a despeito do uso de pressão de
- 25 retorno durante a moldagem por injeção dos artigos, que é um método pa-

drão da indústria para melhora da dispersão.

Além disso, o exemplo comparativo 2 pode ser diretamente comparado com os exemplos de patente 3, 11 e 14; preparados pelo método de primeira mistura de clarificante, método de precursor do aditivo de agente de coloração, e o método de masterbatch com carga de agente de coloração baixa, respectivamente. Cada um destes exemplos resulta na mesma composição final na parte final, diferindo no método pelo qual eles são preparados. Todos os exemplos resultam aproximadamente na mesma queda no valor de L^* a partir da resina de controle sem agente de coloração. O desvio padrão do valor L^* é muito mais elevado no exemplo comparativo 2, indicando que a dispersão do agente de coloração não é tão boa, resultando em uma variação da cor dos artigos finais, que não é desejável.

Exemplos Comparativos 4 e 5 empregando uma Masterbatch de Agente de coloração

Um agente de coloração e uma resina de copolímero aleatório 30 MFR (Total 6823MZ) clarificados com Millad 3988 em aproximadamente 1800 ppm foram misturados entre si em um misturador Artisan Kitchen Aid durante cinco minutos na colocação de agitação. A mistura copolimérica foi depois combinada por fusão em um Prism de 16 mm de diâmetro, extrusor de rosca dupla co-rotativa 25:1 L/D.

Tabela 10: Masterbatch de Agente de coloração/Clarificante

Exemplo	Total 6823MZ	Tipo de agente de coloração	Quantidade de agente de coloração	Relação de agente de coloração para clarificante, ppm
4-1	495,0g	Holland Color Holcobatch 932216	5,0g	5,611,672
5-1	495,0g	Holland Color Holco-prill 175,1767	5,0g	5,611,672

A mistura de masterbatch de agente de coloração/clarificante e uma resina de copolímero aleatório 30 MFR clarificados com Millad 3988 (Total 6823MZ) foram misturados entre si em um misturador Artisan Kitchen Aid durante cinco minutos. A mistura foi depois combinada por fusão em um

Prism de 16 mm de diâmetro, extrusor de rosca dupla co-rotativa 25:1 L/D.

Tabela 11: Mistura de Masterbatch de Agente Clarificante Final

Exemplo	Total 6823MZ	Quantidade de mistura de masterbatch de agente clarificante	Relação de agente de coloração para clarificante, ppm
4-2	495,0g	5,0g	56,117
5-2	495,0g	5,0g	56,117

- A mistura de masterbatch de agente clarificante final foi depois
- 5 misturada com uma resina peletizada de copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR contendo Millad 3988 (2000 ppm) e um acondicionamento de aditivo padrão (isto é, 500 ppm de Irganox 1010, 1000 ppm de Irgafos 168 e 800 ppm de CaSt) em um misturador Artisan Kitchen Aid durante cinco minutos. A resina misturada foi moldada por injeção usando um 40-ton Arburg
 - 10 AllRounder 221K para produzir vinte placas de teste de 2,00" x 3,00" x 0,05", que foram coletadas em ordem seqüencial. A resina foi processada no moldador usando uma temperatura de barril com perfil plano de 230°C e 350 bar de pressão de retorno para dispersão ideal. O valor de cor L* foi depois avaliado para cada placa usando um computador de cor Gretag MacBeth Color-
 - 15 Eye 7000A para determinar a variação de tom placa a placa. Esta medição foi tirada no modo de refletância com uma visão de área grande usando uma fonte de luz fluorescente branca fria e um observador a 10°. A turvação percentual foi também medida usando um medidor da intensidade de turvação BYK Gardner Hazegard Plus de acordo com ASTM D1003.

20 Tabela 12: Incorporação na Resina de PP

Exemplo		4-2	5-2
Mistura de masterbatch de agente clarificante final		20,0 g	20,0 g
Copolímero aleatório de polipropileno 11 MFR com Millad 3988 e acondicionamento de aditivo padrão		980,0 g	980,0 g
L*	Média	90,339	89,714
	Desvio padrão	0,118	0,209
Carga de clarificante final, ppm		2000	2000
Carga de agente de coloração final, ppm		2	2
% de turvação		7,6	7,6

Os exemplos comparativos de 4 a 5 mostram os resultados da mistura do agente de coloração preto em uma masterbatch, e depois a formação de um artigo no processo de moldagem por injeção. O exemplo comparativo 4 pode ser comparado diretamente com os exemplos de patente 4 e 12; preparado pelo método de primeira mistura de clarificante (Figura 2 nesta) e o método de precursor do aditivo de agente de coloração (Figura 3 nesta), respectivamente. Cada um destes exemplos resulta na mesma composição final na parte final e eles resultam aproximadamente na mesma queda no valor de L^* a partir da adição do agente de coloração em carga baixa. O desvio padrão do valor de L^* é muito mais elevado no exemplo comparativo 4, indicando que a dispersão do agente de coloração não é tão boa no exemplo comparativo 4, resultando em uma variação da cor dos artigos finais, que não é desejável. Isto ocorreu a despeito do uso de pressão de retorno durante a moldagem por injeção dos artigos, que é um método padrão da indústria para melhora da dispersão.

Além disso, o exemplo comparativo 5 pode ser diretamente comparado com o exemplo de patente 5, preparado pelo método de primeira mistura de clarificante. Cada um destes exemplos resulta na mesma composição final na parte final, diferindo no método pelo qual eles são preparados. Todos os exemplos resultam aproximadamente na mesma queda no valor de L^* a partir da resina de controle sem agente de coloração. O desvio padrão do valor L^* é muito mais elevado no exemplo comparativo 5, indicando que a dispersão do agente de coloração não é tão boa no exemplo comparativo 5, resultando em uma variação da cor dos artigos finais no exemplo comparativo 5, que não é desejável. Assim, mais uma vez, a prática da invenção fornece desempenho superior.

Fica entendido por uma pessoa versada na técnica que a presente argumentação é apenas uma descrição das modalidades exemplares, e não é destinada como limitativo dos aspectos mais amplos da presente invenção, em que os aspectos mais amplos são incorporados nas construções exemplares. A invenção é apresentada mediante exemplo nas reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição que compreende:

(a) um agente clarificante, e

(b) um agente de coloração insolúvel em água, dito agente de coloração insolúvel em água sendo compreendido de pelo menos um pigmento; dita composição compreendendo uma relação entre cerca de 50 e cerca de 10.000 partes de agente de coloração para cerca 1 milhão de partes de agente clarificante.

2. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o dito agente clarificante compreende um composto de dibenzilideno sorbitol substituído ou não-substituído.

3. Composição de resina de polipropileno clarificada formada pela mistura da composição de acordo com a reivindicação 1 com polipropileno, dita composição de resina tendo uma concentração de agente de coloração menor do que cerca de 5 ppm da composição de resina total.

4. Composição de resina de acordo com a reivindicação 3, em que a dita composição de resina adicionalmente compreende dito agente clarificante em uma concentração de cerca de 500 ppm a cerca de 5.000 ppm da composição de resina total.

5. Artigo de fabricação formado usando a composição de resina como definida na reivindicação 3.

6. Artigo de fabricação formado usando a composição de resina como definida na reivindicação 4.

7. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o dito agente de coloração insolúvel em água é um agente de coloração preto.

8. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a dita composição é substancialmente branca na cor, e é definida por um valor L^* de pelo menos 85.

9. Composição de masterbatch produzida pela mistura da composição de acordo com a reivindicação 1, com poliolefina, em que a dita composição de masterbatch compreende uma porcentagem de clarificante em dita composição de masterbatch de cerca de 1% a cerca de 40% em pe

so.

10. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que a relação de agente de coloração para agente clarificante é ainda definida como compreendendo uma relação de cerca de 200 a cerca de 5.000 partes de
5 agente de coloração para 1 milhão de partes de agente clarificante.

11. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o dito agente de coloração adicionalmente é compreendido de um aglutinante termoplástico.

12. Composição de acordo com a reivindicação 1, em que o dito
10 agente de coloração compreende negro-de-fumo.

13. Artigo de polipropileno substancialmente incolor de alta clareza produzido por um processo de formação de uma primeira mistura, dita primeira mistura sendo compreendida de um agente clarificante e um agente de coloração, em que a dita primeira mistura é dispersa dentro do polipropileno em etapas sucessivas, dito agente de coloração ainda compreendendo
15 pelo menos um pigmento, dito agente de coloração sendo fornecido em dito artigo em uma faixa de concentração de cerca de 0,25 a 5 ppm de dito artigo.

14. Composição precursora de aditivo de agente de coloração
20 que compreende:

(a) um agente clarificante, e

(b) um agente de coloração insolúvel em água, dito agente de coloração insolúvel em água sendo compreendido de pelo menos um pigmento; dita composição ainda compreendendo uma relação de cerca de 50
25 a 10.000 partes de agente de coloração para cerca 1 milhão de partes de agente clarificante, e

(c) pelo menos um outro aditivo, dito outro aditivo sendo selecionado do grupo de: antioxidantes, sequestrantes ácidos, agentes de deslizamento, estabilizantes de luz, branqueadores óticos e absorvedores de luz
30 UV.

15. Composição precursora de aditivo de agente de coloração de acordo com a reivindicação 14, dito agente de coloração compreendendo

pelo menos negro-de-fumo.

16. Composição de acordo com a reivindicação 15, em que o dito polímero é polipropileno.

5 17. Composição de acordo com a reivindicação 14, em que o dito agente clarificante compreende dibenzilideno sorbitol, ou um derivado deste.

18. Composição de acordo com a reivindicação 14, em que o dito agente de coloração insolúvel em água é um agente de coloração preto.

10 19. Método de produção de uma resina termoplástica clarificada com um agente de coloração altamente disperso, dito método compreendendo:

(a) fornecer um agente clarificante,

(b) fornecer um agente de coloração, dito agente de coloração tendo nele pelo menos um pigmento,

15 (c) misturar dito agente clarificante com dito agente de coloração para formar uma primeira mistura,

(d) misturar dita primeira mistura com polímero para formar uma composição de resina composta.

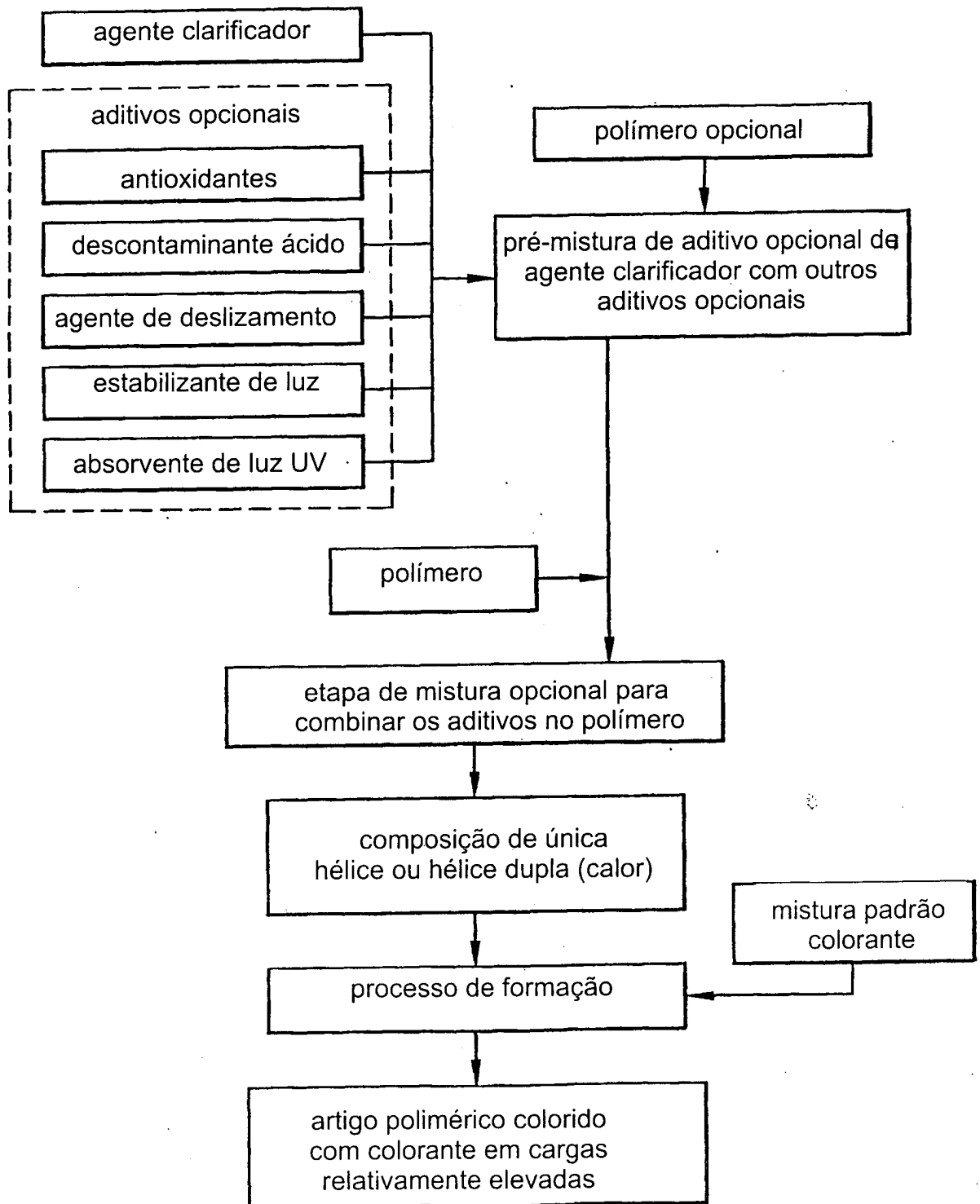


Fig .1

processo de fabricação de artigo polimérico colorido convencional

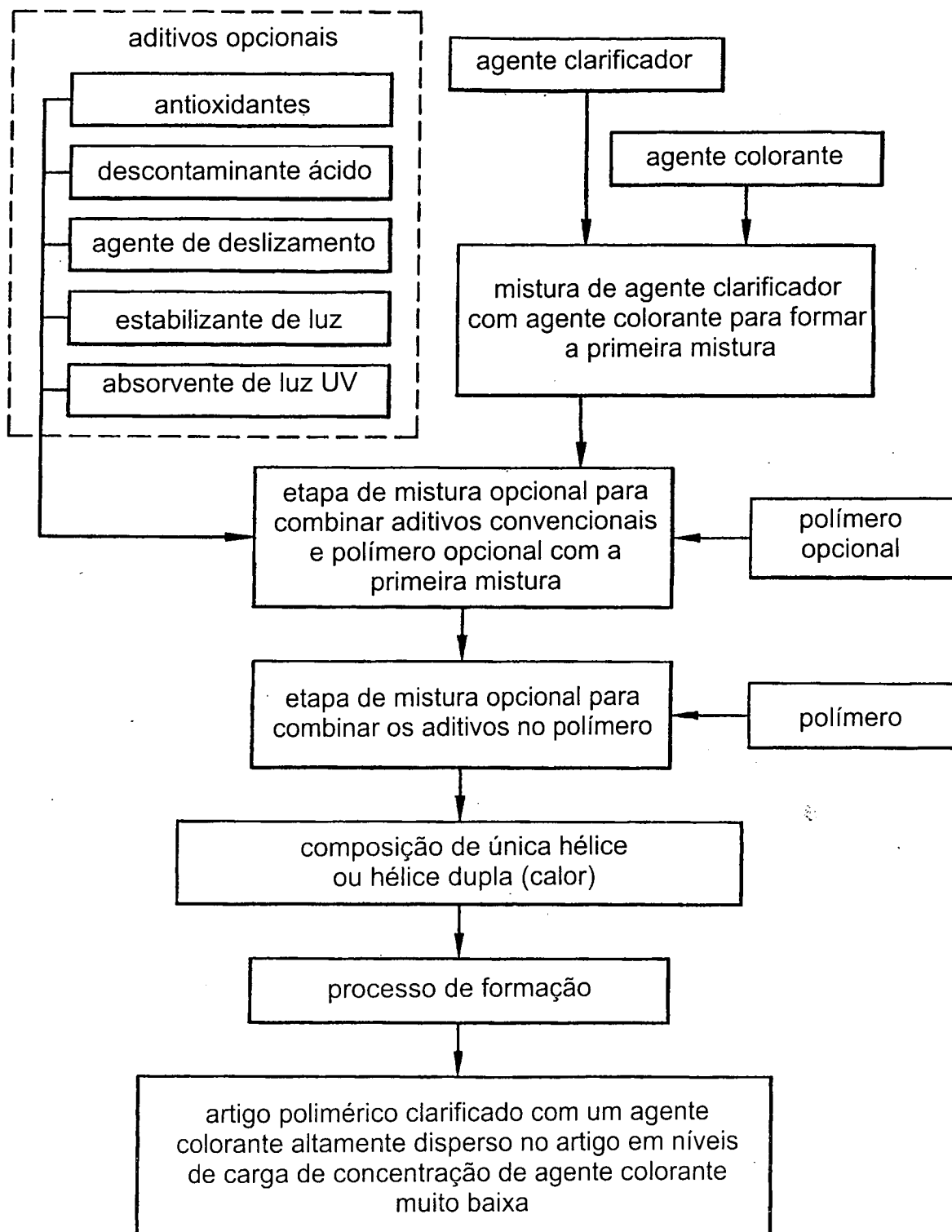


Fig .2

uso de agente colorante para formar uma primeira mistura na fabricação de artigos poliméricos

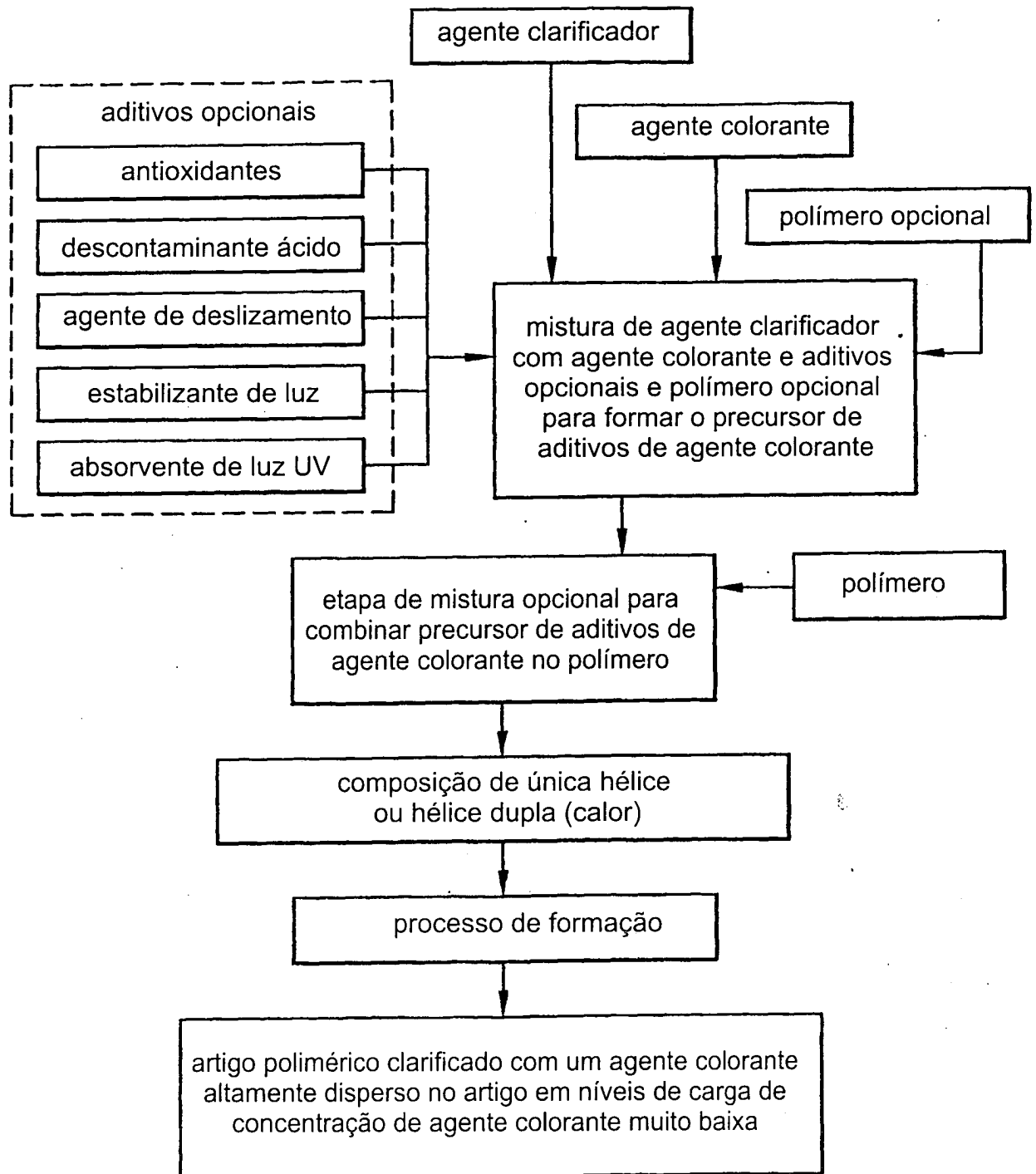


Fig .3

uso de agente colorante para formar precursor de aditivo de agente colorante.

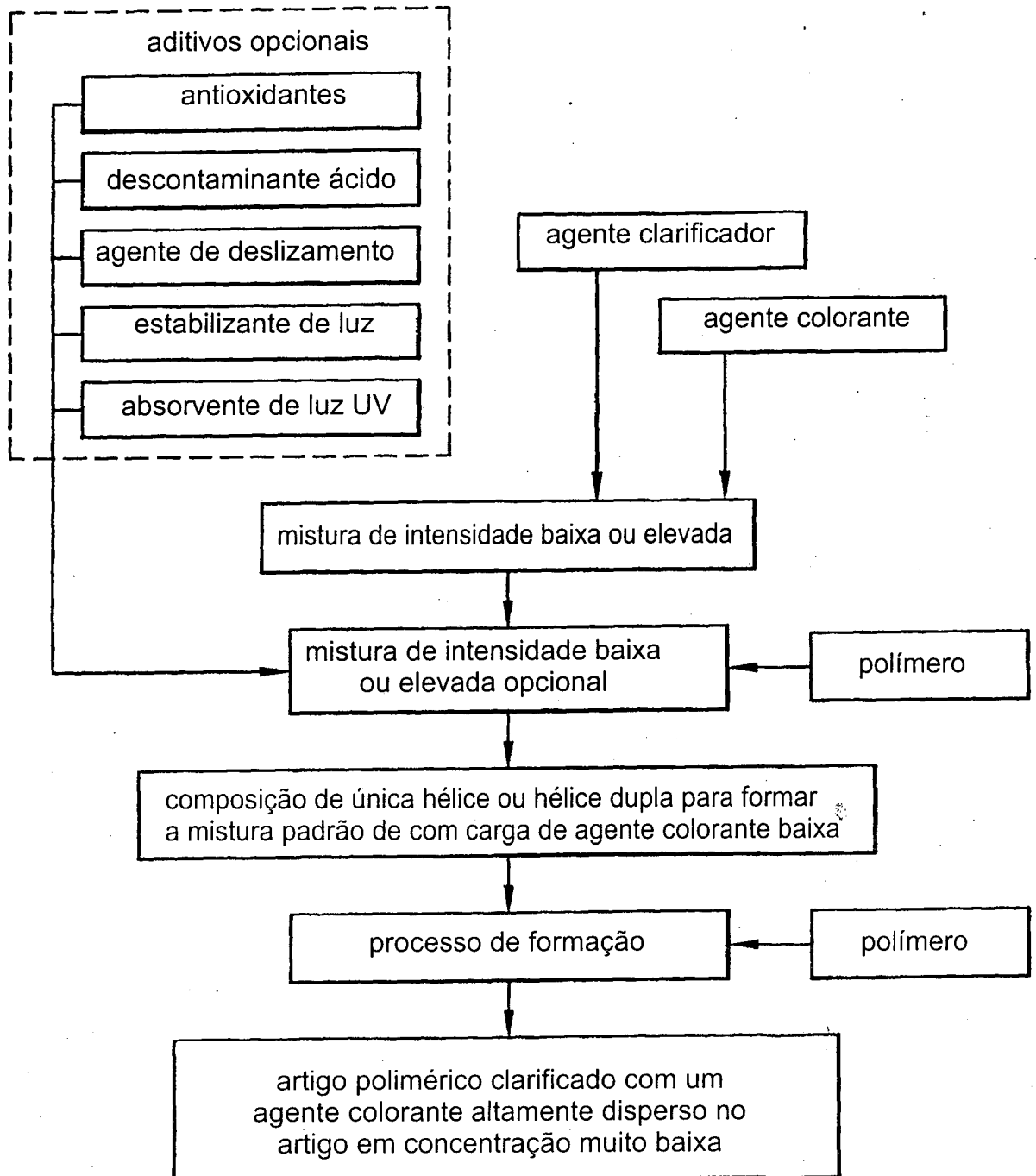


Fig .4

aplicação de mistura padrão da invenção.

RESUMO

Patente de Invenção: **"COMPOSIÇÕES E MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE ARTIGOS CLARIFICADOS"**.

Os artigos termoplásticos podem ser fabricados tendo um grau elevado de apelo visual para os consumidores. Os agentes clarificantes podem ser empregados como aditivos em tais artigos termoplásticos para produzir artigos com alta claridade. Um agente de coloração pode ser misturado com os agentes clarificantes para formar uma primeira mistura, e depois uma tal primeira mistura pode ser aplicada em cargas muito baixas para formar um artigo polimérico clarificado. É possível obter um benefício visual perceptível enquanto se usa cargas muito baixas de agente de coloração em uma poliolefina, tal como polipropileno. Negro-de-fumo é um pigmento que pode fornecer tais benefícios perceptíveis no polipropileno.

Novo quadro reivindicatório (total de 18 reivindicações) para processamento na fase nacional brasileira.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição, caracterizada pelo fato de que compreende:

(a) um agente clarificante, e

(b) um agente de coloração insolúvel em água, o dito agente de

5 coloração insolúvel em água compreendendo de pelo menos um pigmento; a dita composição compreendendo ainda uma relação entre cerca de 50 e cerca de 10.000 partes de agente de coloração para cerca 1 milhão de partes de agente clarificante.

2. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
10 pelo fato de que o dito agente clarificante compreende um composto de dibenzilideno sorbitol substituído ou não-substituído.

3. Composição de resina de polipropileno clarificada, caracterizada pelo fato de que é formada através da mistura da composição, como definida na reivindicação 1, com polipropileno, a dita composição de resina
15 possui uma concentração de agente de coloração inferior a cerca de 5 ppm da composição de resina total.

4. Composição de resina de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que a dita composição de resina adicionalmente compreende o dito agente clarificante em uma concentração de cerca de
20 500 ppm a cerca de 5.000 ppm da composição de resina total.

5. Artigo de fabricação, caracterizado pelo fato de que é formado usando a composição de resina, como definida na reivindicação 3 ou 4.

6. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o dito agente de coloração insolúvel em água é um agente
25 de coloração preto.

7. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a dita composição é substancialmente de cor branca, e é definida por um valor L^* de pelo menos 85.

8. Composição de masterbatch, caracterizada pelo fato de que é
30 produzida através da mistura da composição, como definida na reivindicação 1, com poliolefina, em que a dita composição de masterbatch compreende uma porcentagem de clarificante na dita composição de masterbatch de cer-

ca de 1% a cerca de 40% em peso.

9. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a relação de agente de coloração para agente clarificante é ainda definida como compreendendo uma relação de cerca de 200 a cerca de 5.000 partes de agente de coloração para 1 milhão de partes de agente clarificante.

10. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o dito agente de coloração adicionalmente é compreendido de um aglutinante termoplástico.

11. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o dito agente de coloração compreende negro-de-fumo.

12. Artigo de polipropileno substancialmente incolor de alta clareza, caracterizado pelo fato de que é produzido através de um processo de formação de uma primeira mistura, a dita primeira mistura compreendendo um agente clarificante e um agente de coloração, em que a dita primeira mistura é dispersa dentro do polipropileno em etapas sucessivas, o dito agente de coloração compreendendo ainda pelo menos um pigmento, o dito agente de coloração sendo fornecido no dito artigo em uma faixa de concentração de cerca de 0,25 a 5 ppm do dito artigo.

13. Composição precursora de aditivo de agente de coloração, caracterizada pelo fato de que compreende:

(a) um agente clarificante, e

(b) um agente de coloração insolúvel em água, o dito agente de coloração insolúvel em água compreendendo de pelo menos um pigmento; a dita composição compreendendo ainda uma relação de cerca de 50 a 10.000 partes de agente de coloração para cerca 1 milhão de partes de agente clarificante, e

(c) pelo menos um outro aditivo, o dito outro aditivo sendo selecionado a partir do grupo de: antioxidantes, seqüestrantes ácidos, agentes de deslizamento, estabilizantes de luz, branqueadores óticos e absorvedores de luz UV.

14. Composição precursora de aditivo de agente de coloração

de acordo com a reivindicação 13, caracterizada pelo fato de que o dito agente de coloração compreende pelo menos negro-de-fumo.

15. Composição de acordo com a reivindicação 14, caracterizada pelo fato de que o dito polímero é polipropileno.

5 16. Composição de acordo com a reivindicação 13, caracterizada pelo fato de que o dito agente clarificante compreende dibenzilideno sorbitol, ou um derivado deste.

10 17. Composição de acordo com a reivindicação 13, caracterizada pelo fato de que o dito agente de coloração insolúvel em água é um agente de coloração preto.

18. Método de produção de uma resina termoplástica clarificada com um agente de coloração altamente disperso, caracterizado pelo fato de que compreende:

- (a) fornecer um agente clarificante,
- 15 (b) fornecer um agente de coloração, o dito agente de coloração tendo nele pelo menos um pigmento,
- (c) misturar o dito agente clarificante com o dito agente de coloração para formar uma primeira mistura,
- (d) misturar a dita primeira mistura com polímero para formar
- 20 uma composição de resina composta.