



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

(11) PI 1014585-0 B1



(22) Data do Depósito: 25/06/2010

(45) Data de Concessão: 21/01/2020

(54) Título: COMPOSTO CONTENDO CARVÃO POROSO PRÉ-IMPREGNADO PARA CARREAR ÁGUA PARA DENTRO DE UM EXTRUSOR EM UM PROCESSO DE EXTRUSÃO PARA FORMAR UMA ESPUMA POLIMÉRICA RÍGIDA, DE CÉLULA FECHADA

(51) Int.Cl.: C08J 9/00.

(52) CPC: C08J 9/0066; C08J 2201/03; C08J 2205/052.

(30) Prioridade Unionista: 26/06/2009 US 12/492,293.

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

(72) Inventor(es): NIKOI ANNAN; ROLAND LOH; REBECCA COCHRAN; YADOLLAH DELAVITZ; THOMAS BRAMMER.

(86) Pedido PCT: PCT US2010039897 de 25/06/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/151718 de 29/12/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 26/12/2011

(57) Resumo: COMPOSTOS CONTENDO CARVÃO POROSO COMO AGENTES CARREADORES DE ÁGUA E AGENTES DE CONTROLE DO TAMANHO DE CÉLULA PARA USO EM ESPUMAS POLIMÉRICAS. Espuma polimérica e produtos de espuma polimérica que contêm um material polimérico espumável, pelo menos um agente de sopro, carvão ativado, e água são fornecidos. O carvão ativado atua tanto como um absorvente de água e um carreador para a água. O carvão ativado é capaz de controlar e aumentar o tamanho da célula, mesmo na presença de dióxido de carbono, HFCs, e/ou agentes de atenuação de infravermelho. Além disso, o carvão ativado permite que uma desejada quantidade de água seja introduzida no derretido polimérico. Mediante o controle da quantidade de carvão ativado e de seu conteúdo de água durante um processo de extrusão, uma ampla gama de tamanhos de célula pode ser obtida no produto extrudado. Em modalidades representativas, o carvão ativado é adicionado a um primeiro extrusor e água é injetada diretamente em um segundo extrusor. Alternativamente, o carvão ativado é posicionado com uma resina polimérica, pré-hidratado por condicionamento ou por impregnação de vapor, e adicionado a um primeiro extrusor ou a um segundo extrusor.

“COMPOSTO CONTENDO CARVÃO POROSO PRÉ-IMPREGNADO PARA CARREAR ÁGUA PARA DENTRO DE UM EXTRUSOR EM UM PROCESSO DE EXTRUSÃO PARA FORMAR UMA ESPUMA POLIMÉRICA RÍGIDA, DE CÉLULA FECHADA”

Campo Técnico e Aplicabilidade Industrial da Invenção

[001]A presente invenção está de modo geral relacionada a produtos de extrudados de espuma, e mais particularmente a espumas poliméricas extrudadas contendo um composto contendo carvão poroso, tais como carvão ativado como um absorvente e carreador de água para controlar o tamanho da célula e melhorar as propriedades físicas do produto extrudado de espuma. Métodos de formação de tais espumas poliméricas, são também fornecidos.

Fundamentos da Invenção

[002]Estruturas resinosas espumadas são úteis em uma ampla variedade de aplicações, tais como isolamento térmico, em almofadas, como embalagens, e como adsorventes. Espumas extrudadas são geralmente produzidas pela fusão de um polímero juntamente com quaisquer aditivos desejados para criar um fundido polimérico. Um agente de expansão é misturado com o fundido polimérico a uma adequada temperatura e pressão de modo a produzir uma mistura gel espumável. A mistura gel espumável é então resfriada e extrudada em uma zona de pressão reduzida, o que resulta em uma formação de espuma do gel e a formação do desejado produto de espuma extrudado. Como será considerado, as quantidades relativas de polímero (s), agente(s) de expansão, e aditivos, bem como a temperatura e a maneira pela qual a pressão é reduzida tenderá a influenciar as qualidades e propriedades do produto de espuma resultante.

[003]Tradicionais agentes de expansão usados para produtos de extrudados de espuma incluem os clorofluorcarbonos (CFCs) e hidroclorofluorcarbonos (HCFCs). Uma das vantagens de ambos os agentes de expansão CFC e HCFC é a

sua alta solubilidade em um fundido polimérico durante o processo de fabricação. Uma maior solubilidade do agente de expansão promove uma redução da viscosidade quando o agente de expansão é misturado com o fundido de polímero. Por sua vez, uma menor viscosidade leva a uma menor necessidade de energia para a mistura. Por outro lado, uma grande desvantagem para estes tradicionais agentes de expansão é que um número crescente de normas governamentais no mundo inteiro tem determinado a eliminação dos agentes de expansão CFC e HCFC devido às crescentes preocupações ambientais. Os CFCs, e muitos outros halocarbonetos, têm se tornado reconhecidos como uma séria ameaça ambiental global devido às suas capacidades de induzir a destruição do ozônio estratosférico e responsáveis pelo aquecimento global. O impacto de produtos químicos na destruição do ozônio e o aquecimento global, como os CFCs e HCFCs são medidos pelo potencial de destruição do ozônio (ODP) e potencial de aquecimento global (GWP), respectivamente.

[004]Em vista da determinação da exclusão de agentes de expansão com um alto ODP e um alto GWP, tem havido um movimento para substituir os convencionais agentes de expansão com agentes de expansão relativamente mais amigáveis ao meio ambiente, tais como os hidrofluorcarbonos (HFCs) e CO₂, em aplicações de isolamento de espuma. Embora os HCFCs forneçam uma superior barreira térmica comparada com o HFC e CO₂, o cloro presente nos HCFCs possui um potencial de destruição do ozônio. Além disso, ao longo do tempo, a fase gás do clorofluorcarbono remanescente na espuma é liberada para a atmosfera, reduzindo o valor de isolamento da espuma e, potencialmente, contribuindo para o potencial de aquecimento global. Além disso, cada um dos agentes de expansão “não-convencionais” leva a um diferente tamanho e morfologia de célula, dependendo do particular agente de expansão selecionado. Além disso, o tamanho das células das espumas produzidas por estes agentes de expansão geralmente ambientalmente amigáveis são muito pequenos para fornecer um aceitável valor isolante ao produto espumado e, geral-

mente, resulta em um produto de maior densidade e mais caro. Por exemplo, HFC-134a é muito menos solúvel em uma fusão de poliestireno que o HCFC-142b. O HFC-134a produz espumas com um tamanho de célula pequeno, o que cria dificuldades no processamento em comparação com HCFC-142b.

[005]Têm sido feitas tentativas na arte para ampliar o tamanho das células enquanto da utilização de um agente de expansão não-HCFC e da manutenção de um produto ambientalmente correto. Exemplos não limitantes de tais tentativas são apresentados abaixo.

[006]A Patente U.S. No. 4.229.396 para Suh, *et al.* ensina extrudados de espumas de resinas sintéticas possuindo um aumentado tamanho de célula quando agentes de expansão na forma de fluidos voláteis são usados mediante incorporação de um agente de ampliação do tamanho de célula na composição extrudada. O agente de ampliação do tamanho de célula é um composto orgânico que é líquido na temperatura de formação da espuma e pressão atmosférica sendo geralmente solúvel no gel na temperatura de formação da espuma. Além disso, Suh ensina que o agente de ampliação do tamanho de célula se funde abaixo da temperatura de formação da espumação da composição espumável. Exemplos de agentes de ampliação do tamanho de células incluem ceras naturais e sintéticas. Afirma-se que espumas preparadas de acordo com o método divulgado são dimensionalmente mais estáveis que as espumas similares preparadas sem agente de ampliação do tamanho de células.

[007]A Patente U.S. No. 5.489.407 para Suh *et al.* descreve um processo para produzir uma espuma de polímero alquênico aromático de células fechadas que possui um ampliado tamanho de células. O polímero é preferivelmente poliestireno. Por razões ambientais, o agente de expansão é de preferência um agente de expansão inorgânico tal como o CO₂, nitrogênio, argônio, água, hélio, ou ar. A composição utilizada para formar a espuma inclui um agente de ampliação do tamanho de

células substancialmente não-ceroso. A composição pode opcionalmente conter um agente de nucleação (por exemplo, substâncias inorgânicas, tais como talco, argila e/ou carbonato de cálcio) para controlar o tamanho das células da espuma.

[008]A Patente U.S. No. 5.475.035 e EP 0.887.167 para Park revela processos que incorporam um primeiro agente de expansão no fundido de polímero a uma temperatura mais alta e água como um segundo agente de expansão numa temperatura mais baixa. O primeiro agente de expansão é substancialmente livre de água, e inclui agentes de expansão inorgânicos, agentes de expansão orgânicos, e agentes de expansão químicos. A água é introduzida mais adiante após o primeiro agente de expansão. Park orienta que pela incorporação da água mais adiante após o primeiro agente de expansão, a corrosão no equipamento de processo é minimizada. Adicionalmente, um agente de nucleação (por exemplo, substâncias inorgânicas, tais como talco, argila e/ou carbonato de cálcio) podem ser adicionados ao banho para controlar o tamanho de células do material espumado.

[009]A Publicação da Patente U.S. No. 2008/0293839 para Stobby ensina o uso de água e, de preferência, de pelo menos um agente de expansão selecionado a partir do grupo que compreende hidrocarbonetos, hidrofluorcarbonos, e fluorocarbonetos como o agente de expansão. O agente de expansão pode ser incorporado ou misturado no fundido de polímero numa pressão elevada o suficiente para prevenir a substancial expansão do fundido de material polimérico e dispersar de forma geral o agente de expansão no fundido polimérico. Afirma-se que o uso da água permite o uso de pressões de processo mais baixas, mais baixas densidades de espuma, e tamanhos de células mais amplos, ao mesmo tempo em que permanece ambientalmente correto.

[0010]Um problema com o uso da água como um agente de expansão é que ela pode causar corrosão no equipamento de processo. Este problema é exacerbado quando se utiliza um retardador de chama à base de alifáticos bromados. Por

exemplo, a água pode se combinar com brometo de hidrogênio (HBr) ou outros produtos da decomposição dos retardadores de chama à base de alifáticos bromados para formar um fundido polimérico que possui um alto teor de ácido. Por sua vez, o ácido dentro do fundido polimérico corrói o material de ferragem nos equipamentos de extrusão. Devido à corrosão no extrusor e do equipamento de extrusão associado, as peças precisam ser frequentemente reparadas ou substituídas, resultando em aumentados custos de produção e aumentados tempos de paralisação.

[0011] Apesar das tentativas anteriores para aumentar o tamanho da célula enquanto do uso da água como agente de expansão e de reduzir a corrosão, subsiste a necessidade da arte para se conseguir extrudado de espuma polimérica que possua um aumentado de tamanho de célula quando agentes de expansão não-HCFC são usados, que mantenha as positivas propriedades físicas das convencionais espumas de poliestireno extrudadas, e que reduza ou elimine a corrosão do extrusor.

Sumário da Invenção

[0012] É um objetivo da presente invenção fornecer um método de formar um produto espumado rígido, e células fechadas, que inclui: (1) aquecer pelo menos um material polimérico alquenil aromático e um composto contendo carvão poroso não-encapsulado, a uma primeira temperatura suficiente para fundir o pelo menos um material polimérico e formar um fundido polimérico, (2) injetar um ou mais agentes de expansão ao fundido polimérico para formar um material de gel espumável, (3) conduzir o gel espumável a um segundo extrusor onde o gel espumável é resfriado até uma segunda temperatura, onde a segunda temperatura é inferior à primeira temperatura, (4) injetar um líquido que evapora, se decompõe ou reage sob influência do calor para formar um gás diretamente para dentro do segundo extrusor e para dentro do fundido polimérico, onde o líquido é absorvido pelo composto contendo carvão poroso não-encapsulado, e (5) fazer a extrusão do gel espumável resfriado

através de uma matriz/fieira a uma pressão suficiente para formar um produto de espuma rígida de células fechadas. O método pode incluir ainda a referida composição de carvão ativado com o referido pelo menos um material polimérico alquenil aromático para formar um material composto e em seguida acrescentar o material composto ao primeiro extrusor.

[0013]O composto contendo carvão poroso pode ser carvão ativado, carvão ativado em pó, casca de coco, madeira, cascas, pó de cascas, coque, granito poroso, e combinações desses mencionados. O líquido pode ser água líquida, hidrocarbonetos, hidrocarbonetos halogenados, álcoois, álcoois dihidricos, poliálcoois, cetonas, ésteres, éteres, amidas, ácidos, aldeídos, e misturas desses mencionados. Em modalidades representativas, o líquido é água e a água é injetada no segundo extrusor antes da matriz de extrusão. Além disso, a água pode ser tratada com pelo menos um componente selecionado a partir de tensoativos, neutralizantes, inibidores de corrosão, agentes químicos e de expansão. O composto contendo carvão poroso pode ser carvão ativado possuindo um tamanho médio de partícula de cerca 1 a cerca 100 micra. Além disso, o carvão ativado pode ter um teor de água de impregnação de cerca de 0,2% a cerca de 2,0%, com base no peso total do material polimérico. O material polimérico alquenil aromático e o carvão ativado podem ser adicionados seqüencialmente no primeiro extrusor, com o carvão ativado sendo alimentado diretamente no primeiro extrusor numa forma selecionada a partir de um pó, uma forma compacta, e uma pasta fluida.

[0014]É também um objetivo da presente invenção fornecer um método de formar um produto de espuma rígida de células fechadas que inclui: (1) aquecer uma primeira porção de um material polimérico alquenil aromático a uma primeira temperatura suficiente para fundir a primeira porção do material polimérico e formar um fundido polimérico, (2) injetar um ou mais agentes de expansão ao fundido polimérico para formar um gel espumável, (3) conduzir o gel espumável a um segundo ex-

trusor onde o gel espumável é resfriado a uma segunda temperatura, onde a segunda temperatura é inferior à primeira temperatura, (4) adicionar um contendo carvão poroso hidratado no segundo extrusor e no gel espumável, e (5) fazer a extrusão do gel resfriado espumável através de uma matriz a uma pressão suficiente para formar um produto de espuma rígida de células fechadas. O composto contendo carvão poroso pode ser selecionado a partir de carvão ativado, carvão ativado em pó, casca de coco, madeira, cascas, pó de cascas, coque, granito poroso, e combinações desses mencionados. O composto contendo carvão poroso pode ser um carvão ativado não-encapsulado.

[0015]Em pelo menos uma modalidade representativa, o método inclui formar o composto contendo carvão poroso mediante compor uma segunda porção do material polimérico alquênico aromático com o composto contendo carvão poroso para formar um composto contendo carvão poroso/composto de resina polimérica e em seguida colocar o composto contendo carvão poroso/composto de resina polimérica em uma câmara de condicionamento onde o composto contendo carvão poroso absorve água a partir do ar para formar o composto contendo carvão poroso hidratado. O composto contendo carvão poroso hidratado possui uma desejada quantidade de hidratação. Em tal modalidade, o composto contendo carvão poroso absorve água durante um período de tempo de cerca 1 a cerca de 3 dias.

[0016]Em outra modalidade representativa, o método inclui ainda a formação do composto contendo carvão poroso hidratado por: (1) compor uma segunda porção do material polimérico com composto contendo carvão poroso para formar um composto contendo carvão poroso/composto de resina polimérica, (2) colocar o composto contendo carvão poroso/composto de resina polimérica em um recipiente pressurizado, e (3) tratar o composto contendo carvão poroso/composto de resina polimérica com vapor para formar o composto contendo carvão poroso hidratado, onde o composto contendo carvão poroso hidratado tem uma desejada quantidade

de hidratação. Nesta modalidade, o composto contendo carvão poroso, absorve a água em um período de menos de cerca 10 minutos.

[0017]É um objetivo adicional da presente invenção fornecer um composto contendo carvão poroso pré-hidratado para carrear água a um extrusor em um processo de extrusão para formar uma espuma polimérica rígida que inclui um composto contendo carvão poroso que se compõe com pelo menos um material polimérico alquênico aromático, onde o composto contendo carvão poroso tem uma desejada quantidade de hidratação. O composto contendo carvão poroso pode ser selecionado a partir de carvão ativado, carvão ativado em pó, casca de coco, madeira, cascas, pó de cascas, coque, granito poroso, e combinações desses mencionados. Em uma modalidade representativa, o composto contendo carvão poroso é hidratado sob pressão através de impregnação de vapor. Em outra modalidade da invenção, o composto contendo carvão poroso é hidratado em uma câmara de condicionamento com temperatura e umidade controladas. Em pelo menos uma modalidade representativa, o composto contendo carvão poroso é um carvão ativado não-encapsulado.

[0018]É uma vantagem da presente invenção que a composição espumável fornece um desejado tamanho de célula sem afetar as propriedades finais do produto de espuma.

[0019]Também é uma vantagem que a composição espumável incluindo carvão ativado e água produz espumas possuindo um desejado tamanho de célula.

[0020]É ainda uma outra vantagem da invenção que a injeção de água diretamente no segundo extrusor reduz ou elimina a corrosão no primeiro extrusor.

[0021]É outra vantagem da presente invenção que a inclusão do carvão ativado na composição espumável não requer nenhuma modificação nos equipamentos de fabricação já existentes e, portanto, não aumenta os custos de fabricação.

[0022]É uma vantagem adicional da presente invenção que a espuma produzida pela presente invenção não possui efeitos tóxicos aos seres vivos.

[0023] Também é uma vantagem da presente invenção que o carvão ativado atua como um agente de ampliação do tamanho de células na presença de agentes de expansão como o dióxido de carbono e HFCs e agentes de atenuação do infravermelho tais como o coque, grafite, escamas de alumínio e fibras de carbono.

[0024] É uma outra característica da presente invenção que a quantidade de carvão ativado e água presentes no fundido polimérico podem ser controladas de forma independente, para que uma desejada quantidade de água fique agregada ao fundido polimérico.

[0025] É uma característica da presente invenção que o material polimérico espumável é um material polimérico alquenil aromático.

[0026] É ainda uma outra característica da presente invenção que, ao controlar a quantidade de carvão ativado e seu conteúdo de água durante um processo de extrusão, uma ampla gama de tamanhos de célula pode ser obtida no produto extrudado.

[0027] É uma outra característica da presente invenção que a composição da presente invenção tem um baixo potencial de aquecimento global e pouco ou nenhum potencial de destruição do ozônio.

[0028] É uma outra característica da presente invenção que o carvão ativado pode ser rapidamente impregnado com água mediante impregnação de vapor.

[0029] É ainda uma outra característica da presente invenção que o carvão ativado pode ser impregnado por água em um ambiente de umidade controlada durante um período de alguns dias.

[0030] Os objetivos acima e outras características e vantagens da invenção ficarão mais evidentes mediante consideração da descrição detalhada que se segue. É para ser expressamente entendido, todavia, que os desenhos são meramente ilustrativos e não devem ser interpretados como a definir os limites da invenção.

Breve Descrição dos Desenhos

[0031]As vantagens desta invenção serão evidenciadas levando em conta a descrição detalhada da invenção apresentada adiante, especialmente quando tomada em conjunto com os desenhos que acompanham, em que:

[0032]A Figura 1 é uma ilustração esquemática de um aparelho de extrusão incluindo um primeiro extrusor e um segundo extrusor para formar uma espuma extrudada, onde o carvão ativado é adicionado ao primeiro extrusor e a água é adicionada ao segundo extrusor de acordo com modalidades representativas da invenção;

[0033]A Figura 2 é uma ilustração gráfica que descreve o tamanho das células de uma espuma de poliestireno contendo diferentes quantidades de carvão ativado contra uma espuma de poliestireno contendo diferentes quantidades de um agente de nucleação (ou seja, nanografite); e

[0034]A Figura 3 é uma imagem por microscópio eletrônico de varredura (SEM) da morfologia das células de uma espuma de poliestireno contendo 3% de carvão ativado, 0,4% H_2O (NaHCO_3), e 4% scCO_2 .

Descrição Detalhada e Modalidades Preferenciais da Invenção

[0035]A menos que de outro modo definido, todos os termos técnicos e científicos usados aqui têm o mesmo significado que comumente entendido por aqueles usualmente versados na técnica a qual a invenção é pertinente. Embora todos os métodos e materiais similares ou equivalentes aos aqui descritos possam ser utilizados na prática ou teste da presente invenção, os métodos preferidos e os materiais são os aqui descritos. Todas as referências citadas neste documento, incluindo as publicadas ou as correspondentes Patentes U.S. ou pedidos de patentes estrangeiras, patentes emitidas nos EUA ou estrangeiras, ou quaisquer outras referências, são cada uma delas aqui incorporadas por referência em suas totalidades, incluindo todos os dados, tabelas, figuras e textos apresentados nas referências citadas. Nos desenhos, a espessura das linhas, camadas e regiões podem estar ampliadas para maior clareza. É de notar que números iguais encontrados no transcurso das Figuras

denotam elementos semelhantes. Os termos “composição” e “composição inventiva” podem ser usados indistintamente neste documento. É para ser considerado que, como aqui usado, o termo “hidratado” pode ser usado indistintamente “impregnado” e “pré-hidratado” pode ser utilizado como sinônimos de “pré-impregnado”.

[0036]A presente invenção refere-se a uma espuma polimérica e produtos de espuma polimérica, tais como espumas de poliestireno extrudadas ou expandidas, formada a partir de uma composição que contém um material polimérico espumável, um agente de expansão, um composto contendo carvão poroso (por exemplo, carvão ativado), e água. O composto contendo carvão poroso atua tanto como um absorvente e como um carreador para a água. O composto contendo carvão poroso permite que uma desejada quantidade de água seja introduzida no fundido polimérico. Ao controlar a quantidade de carvão poroso contendo compostos e seu conteúdo de água durante o processo de extrusão, uma ampla gama de tamanhos de célula pode ser obtida no produto extrudado. A inclusão de um composto contendo carvão poroso no fundido polimérico melhora a processabilidade do fundido polimérico e as propriedades físicas dos produtos de espuma extrudada. O composto contendo carvão poroso funciona como agente de controle do tamanho de célula, um agente de ampliação do tamanho das células, um auxiliar de processo, e um agente de atenuação do infravermelho.

[0037]O material polimérico espumável é a espinha dorsal da formulação e proporciona força, flexibilidade, resistência e durabilidade ao produto final. O material polimérico espumável não está particularmente limitado, e, em geral, qualquer polímero capaz de ser espumado pode ser usado como o polímero espumável na mistura de resina. O material polimérico espumável pode ser termoplástico ou termofixo. No entanto, em modalidades representativas, o material polímero é uma resina termoplástica. O material polimérico em particular pode ser selecionado para fornecer resistência mecânica suficiente e/ou ao processo utilizado para formar produtos po-

liméricos espumados finais. Além disso, o material polimérico espumável é preferencialmente quimicamente estável, ou seja, geralmente não-reativo, na faixa de temperatura prevista durante a sua formação e a posterior utilização em uma espuma polimérica. Exemplos não limitantes de adequados materiais poliméricos espumáveis incluem polímeros alquênil aromáticos, cloreto de polivinila (PVC), cloreto de polivinila clorado (CPVC), polietileno, polipropileno, policarbonato, poliisocianuratos, polieterimidas, poliamidas, poliésteres, policarbonatos, polimetilmetacrilato, poliuretanos, fenólicos, poliolefinas, estirenoacrilonitrila, acrilonitrila-butadieno-estireno, estireno/acrilonitrila/metacrilato de metila, terpolímero de bloco acrílico/estireno/acrilonitrila (ASA), polisulfona, poliuretano, sulfeto de polifenileno, resinas acetal, poliamidas, poliamidas, poliimidas, ésteres de ácido poliacrílico, copolímeros de etileno e propileno, copolímeros de estireno e butadieno, copolímeros de etileno e acetato de vinila, polímeros modificados de borracha, misturas de polímeros termoplásticos, e combinações desses mencionados.

[0038]Em uma modalidade, o material polimérico espumável é um material polimérico alquênil aromático. Adequados materiais poliméricos alquênil aromáticos incluem homopolímeros e copolímeros de compostos alquênil aromáticos e comônômeros etilenicamente insaturados copolimerizáveis. Adicionalmente, o material polimérico alquênil aromático podem incluir menores proporções de polímeros não-alquênica aromática. O material polimérico alquênil aromático pode ser formado de um ou mais homopolímeros alquênil aromáticos, um ou mais copolímeros alquênil aromáticos, uma mistura de um ou mais de cada um dos homopolímeros e copolímeros alquênil aromáticos, ou misturas desses com um polímero não-alquênil aromático. Não obstante os componentes da composição, o material polimérico alquênil aromático pode incluir mais de 50 ou superior a 70 % em peso de unidades monoméricas alquênil aromáticas. Em pelo menos uma modalidade da invenção, o material polimérico alquênil aromático é formado inteiramente de unidades monoméricas

alquenil aromáticas.

[0039]Exemplos de polímeros alquenil aromáticos incluem, mas não estão limitados a, aqueles polímeros alquenil aromáticos derivados de compostos alquenil aromáticos, tais como estireno, α -metilestireno, etilestireno, vinil benzeno, vinil tolueno, cloroestireno, e bromoestireno. Em pelo menos uma modalidade, o polímero alquenil aromático é poliestireno.

[0040]Quantidades menores de compostos monoetilenicamente insaturados tais como derivados ionoméricos, ácidos e ésteres de alquila C₂ a C₆, e dienos C₂ a C₆ podem ser copolimerizados com compostos alquenil aromáticos. Exemplos não limitantes de compostos copolimerizáveis incluem o ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etacrílico, ácido maleico, ácido itacônico, acrilonitrila, anidrido maleico, acrilato de metila, acrilato de etila, acrilato de isobutila, n-butila, metacrilato de metila, acetato de vinila e butadieno.

[0041]Os produtos espumados podem ser formados substancialmente de (por exemplo, acima de 95 por cento), e na maioria das modalidades, formados inteiramente de poliestireno. Além disso, o poliestireno pode ser poliestireno reciclado expandido. O material polimérico espumável pode estar presente na composição em uma quantidade de cerca de 50% a cerca de 95% em peso, em uma quantidade de cerca de 80% a cerca de 90% em peso ou em uma quantidade de cerca de 85% a cerca de 95% em peso. Como usado aqui, o “% em peso” é destinado a indicar um percentual com base em 100% do peso total da composição. Em modalidades representativas, o material polimérico pode ser uma resina de baixa viscosidade com um peso molecular de aproximadamente 50.000 Daltons a cerca 1.000.000 Daltons ou a partir de cerca 120.000 Daltons a cerca 150.000 Daltons. Como usado aqui, o termo “peso molecular” é utilizado para denotar um peso molecular ponderal médio.

[0042]É para ser considerado que as propriedades da espuma extrudada ou do produto de espuma podem ser modificadas mediante a seleção do peso molecu-

lar do polímero. Por exemplo, a preparação de produtos de espuma extrudada de baixa densidade é facilitada pela utilização de polímeros de menor peso molecular. Por outro lado, a preparação de produtos de espuma extrudada de maior densidade é facilitada pelo uso de polímeros de maior peso molecular ou resinas de alta viscosidade.

[0043]A composição espumável também inclui pelo menos um agente de expansão. O agente de expansão pode ser selecionado a partir de dióxido de carbono, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), e de álcoois alifáticos, tais como, mas não limitado a álcoois alifáticos C₁ a C₃ (por exemplo, metanol, etanol, n- propanol e isopropanol), dióxido de carbono, dióxido de carbono supercrítico, e misturas desses mencionados. Em pelo menos uma modalidade representativa, o agente de expansão é o dióxido de carbono supercrítico. O dióxido de carbono supercrítico pode estar presente no fundido polimérico em uma concentração de até cerca de 6,0 partes por cem (pph), com base no peso total da resina polimérica, e em modalidades representativas, de cerca de 2,5 a cerca de 2,5 pph.

[0044]Agentes de expansão adicionais (por exemplo, agentes de expansão secundários) ou alternativos àqueles descritos acima que podem ser incluídos na composição espumável incluem agentes de expansão físicos e químicos. Uma lista não exaustiva de adequados agente de expansão físicos incluem qualquer agente de expansão hidrocarboneto (HC) (por exemplo, propano, butano, iso-butano, pentano, isopentano, hexano, ciclopentano, e uma série de outras séries homólogas desses; acetona e éter dimetílico); agentes de expansão HCFC (por exemplo, 1,1-dicloro-1-fluoroetano (HCFC-141b), cloro pentafluoroetano (HCFC-22), 1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano (HCFC-123), 1-cloro-1,2,2,2-tetrafluoroetano (HCFC-124), HCFC-225ca e HCFC-225cb e derivados; um agente de expansão HFC (por exemplo, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), 1,1-difluoroetano (HFC-152a), 1,1,1,3,3,3 hexafluoropropano (HFC-236fa), 1,1,1,3,3 pentafluorobutano (HFC-365mfc)); e nitrogênio.

Exemplos de adequados agentes químicos de expansão incluem azodicarbonamida, azodiisobutiro-nitrila, benzenosulfonil-hidrazida, 4,4-oxibenzeno sulfonil-semicarbazida, p-tolueno sulfonila semi-carbazida, azodicarboxilato de bário, e N, N'-dimetil-N, N'-dinitrosotereftálimida e tetra-hidrazino triazina. É para ser considerado que qualquer um dos agentes de expansão para uso na composição espumável pode ser usado isoladamente ou em qualquer combinação dos mencionados.

[0045]O(s) agente(s) de expansão pode estar presente agente na composição em uma quantidade de cerca de 0% a cerca 15% em peso. Em modalidades representativas, o agente de expansão está presente em uma quantidade de cerca de 0% a cerca 12% em peso, ou a partir de cerca de 2,5% a cerca 10% em peso. Em modalidades representativas, o agente de expansão utilizados na composição inventiva é selecionado de modo que a composição tem zero de destruição do ozônio e de baixo a nenhum potencial de aquecimento global.

[0046]Além disso, a composição contém pelo menos um composto contendo carvão poroso que é estável à temperatura de formação de espuma (isto é, pelo menos cerca de 220 °C), possui uma alta capacidade de absorção de água (ou seja, até 100% do seu próprio peso), e é capaz de absorver seletivamente solventes de baixo peso molecular, tais como, mas não limitado a, água, nitrogênio dióxido de carbono, álcoois (por exemplo, etanol e metanol), acetona, éter dimetílico (DME), HFCs e HCFCs (por exemplo, HFC-134a, HFC-152a e HCFC-142b), carbonato de propileno, carbonato de etileno, e diésteres adipato, mas não moléculas de maior peso molecular, como o poliestireno. Em modalidades representativas, os compostos contendo carvão poroso podem absorver seletivamente solventes possuindo pesos moleculares de até cerca de 500 Daltons, e em algumas modalidades, até aproximadamente 250 Daltons.

[0047]Como discutido abaixo, o, composto contendo carvão poroso pode ter um tamanho de poro que se insere numa faixa de tamanho micro, meso, ou macro.

Em modalidades representativas, o composto contendo carvão poroso serve como um carreador de água. Poliestireno, e a maioria dos outros polímeros termoplásticos, são hidrofóbicos e não absorvem facilmente quantidades significativas de água. Como resultado, um carreador pode ser usado para levar água para dentro do fundido polimérico dentro do extrusor. Um particular composto contendo carvão poroso, carvão ativado, é altamente poroso e tem características de muito alta absorção de água. As propriedades físicas do carvão ativado em pó diferem acentuadamente, como ilustrado pela variação da distribuição de tamanho de partícula, absorção, química de superfície, efeito de difusão, e pureza. O carvão ativado em pó, devido à sua capacidade de absorver moléculas pequenas como água, foi escolhido para uso em modalidades representativas da presente invenção.

[0048]O carvão ativado pode vir em uma variedade de formas, tais como carvão ativado, casca de coco, madeira ou casca (por exemplo, pó de casca ou pó de casca de psyllium). Além disso, o carvão ativado pode vir em uma variedade de tamanhos, incluindo micro-porosa de carvão ativado com diâmetro de poro inferior a 2 nm, carvão ativado meso-poroso com diâmetros de poros entre 2 nm para 50 nm, e carvão ativado macro-poroso com diâmetros de poros maiores que 50 nm. Em pelo menos uma modalidade representativa, carvão ativado em pó, particularmente de carvão ativado em pó, possuindo um tamanho médio de partícula de cerca 1 a cerca 100 micra, ou a partir de cerca 10 a cerca de 30 micra, é utilizado. Além disso, o carvão ativado pode ter um índice de absorção (azul de metileno) superior a 10 g/100g, ou superior a 20 g/100g.

[0049]Para facilitar a discussão, será feita referência a seguir no que diz respeito ao uso de carvão ativado, embora qualquer, composto contendo carvão poroso possuindo as características de estabilidade térmica, alta absorção de água, e as características de absorção seletiva, conforme estabelecido acima poderá ser utilizada. Carvão ativado permite que uma desejada quantidade de água seja introduzi-

da no fundido polimérico. Através do controle da quantidade de carvão ativado e de seu conteúdo de água durante o processo de extrusão, uma ampla gama de tamanhos de célula pode ser obtida no produto extrudado. Conforme discutido em detalhes abaixo, a água pode ser impregnada (absorvida) ao carvão ativado em pó, ou em sua forma composta em um portador polimérico, tal como o poliestireno, por exemplo, de água, (câmara de umidade controlada) ou a vapor (por exemplo, a impregnação de vapor) antes do processo de extrusão. Alternativamente, a água pode ser absorvida pelo carvão ativado durante o processo de extrusão sob alta pressão. Em qualquer situação, a água pode ser tratada com um agente tensoativo, emulsificante, ou umectante e de penetração, tal como, mas não limitado a, bis (2-etil-hexil) sulfosuccinato de sódio (comercialmente disponível da AOT), e Lutensit ® A-BO, um dioctisulfosuccinato de sódio (comercialmente disponível da BASF); um agente neutralizante, tal como o bicarbonato de sódio, um inibidor de corrosão, tal como Accepta 2018, uma amina neutralizante de base cicloexilamina e Accepta 2013, um ajustador de pH à base de hidróxido de sódio com bicarbonato de sódio como neutralizador (comercialmente disponível da Accepta) e agentes químicos de expansão, tais como axodicarbonamida, azodiisobutiro-nitrila, ou benzenosulfonil-hidrazida.

[0050]A composição de espuma polimérica inclui pelo menos um composto contendo carvão poroso (por exemplo, carvão ativado) em uma quantidade de cerca de 0,1% a cerca 10% em peso da composição total, e de cerca 1,0% a cerca de 5,0% em peso. Em pelo menos uma modalidade representativa, o carvão ativado pode ter um teor de água de impregnação de cerca de 0,2% a cerca de 2,0% com base no peso total de resina, ou a partir de cerca de 0,2% a cerca de 0,8%. O carvão ativado tem a capacidade de controlar o tamanho das células na espuma, enquanto que os agentes de expansão como o dióxido de carbono ou HFC e agentes de atenuação do infravermelho são usados na composição de espuma polimérica. Em particular, o uso de carvão ativado permite que as espumas tenham desejados

tamanhos de células que variam na faixa de cerca 100 micra a cerca de 400 micra ou de cerca de 250 micra a cerca de 300 micra. Assim, o carvão ativado impregnado de água atua como um agente de ampliação dos tamanhos das células. Em modalidades de acordo com a presente invenção, o carvão ativado é não-encapsulado.

[0051]A composição espumável também pode conter pelo menos um agente de atenuação do infravermelho (IAA) para aumentar ou manter o valor-R do produto de espuma. Exemplos de tais agentes de atenuação de infravermelho que podem ser utilizados incluem, mas não estão limitados a, negro de carbono, asfalto granulado, vidro moído, fios de fibra de vidro, mica, óxido de ferro preto, dióxido de titânio, escamas metálicas, tais como escamas de alumínio, e combinações desses mencionados. Em modalidades representativas, o agente de atenuação de infravermelho está presente na composição de espuma em uma quantidade de cerca de 0% a cerca de 10% em peso da composição total. Em outras modalidades, o agente de atenuação de infravermelho pode estar presente em uma quantidade de cerca de 0,1 a cerca de 5,0% em peso da composição total, ou cerca de 0,2 a cerca de 2,0% em peso.

[0052]Além disso, a composição inventiva pode conter um agente retardador de chamas em uma quantidade de até cerca 1,0% em peso. Por exemplo, produtos químicos retardadores de chamas podem ser adicionados no processo de fabricação da espuma extrudada para transmitir características de retardamento de chamas aos produtos de espuma extrudada. De preferência, o agente de retardamento de chamas é adicionado ao gel espumável, que é descrito a seguir no que diz respeito à formação da espuma inventiva. Exemplos não limitantes de adequados produtos químicos retardadores de chamas para uso na composição inventiva incluem compostos alifáticos bromados, tais como hexabromociclododecano (HBCD) e pentabromociclohexano, éteres fenil bromados, ésteres de ácido tetrabromoftálico, e combinações desses mencionados. Em pelo menos uma modalidade representativa, um

HBCD micro-encapsulado pode ser utilizado para eliminar a reação da água e do retardador de chama bromado durante o processamento a uma temperatura elevada.

[0053] Aditivos opcionais, tais como agentes de nucleação, agentes plastificantes, pigmentos, elastômeros, auxiliares de extrusão, antioxidantes, cargas, agentes antiestáticos, biocidas, e/ou absorvedores de UV podem ser incorporados na composição inventiva. Estes aditivos opcionais podem ser incluídos em quantidades necessárias para obter as desejadas características do gel espumável ou produtos de espuma extrudada resultantes. Os aditivos podem ser adicionados à mistura polimérica ou podem ser incorporados na mistura polimérica antes, durante ou após o processo de polimerização usado para produzir o polímero.

[0054] Para formar uma espuma de polímero alquênico aromático de acordo com os princípios da presente invenção, o material polimérico espumável (por exemplo, poliestireno) pode ser aquecido a uma temperatura igual ou superior a temperatura de transição vítrea do polímero para formar um fundido ou plastificado de material polimérico em um primeiro extrusor. O carvão ativado pode ser misturado no fundido polimérico ou misturado a seco com o material polimérico antes da plastificação ou fusão do material polimérico espumável. É para ser considerado que o carvão ativado também pode ser adicionado diretamente ao primeiro extrusor na forma de pó, em uma forma compacta, ou em uma pasta separada do material polimérico. Em uma ou mais modalidades representativas, tal como descrito em detalhes a seguir, o carvão ativado é composto com uma resina polimérica e hidratado antes de sua adição ao segundo extrusor. É para ser considerado que a adição do carvão ativado ao primeiro extrusor e a adição do carvão ativado “pré-hidratado” ao segundo (ou primeiro) extrusor são mutuamente exclusivos. Como indicado acima, também é para ser considerado que, como usado aqui, “hidratado” pode ser utilizado como sinônimo de “impregnado” e “pré-hidratado” pode ser utilizado como sinônimo

de “pré-impregnado”.

[0055]Um ou mais agentes de expansão pode ser incorporado ou misturado com o material de fundido polimérico mediante qualquer método convencional conhecido por aqueles usualmente versados na técnica, tais como, por exemplo, com um extrusor, um misturador, ou um liquidificador. À medida que o agente de expansão é acrescentado ao fundido polimérico, o agente de expansão se torna solúvel, isto é, se dissolve no fundido polimérico e forma um gel espumável. Além disso, o agente de expansão pode ser misturado com o material de fundido polimérico em uma pressão elevada suficiente para prevenir a expansão substancial do fundido de material polimérico e para de forma geral dispersar o carvão ativado e o(s) agente(s) de expansão de forma homogênea ou substancialmente homogênea no fundido de material polimérico.

[0056]O gel espumável pode então ser passado para um segundo extrusor e resfriado a uma temperatura de fusão da matriz. A temperatura de fusão da matriz é geralmente mais fria do que a temperatura de fusão da mistura para aperfeiçoar as características físicas do produto espumado. Além disso, a pressão de moldagem pode ser suficiente para evitar, ou pelo menos minimizar, a pré-formação de espuma do gel espumável. A pré-formação de espuma é a indesejável formação prematura de espuma do gel espumável antes da extrusão do gel em uma região de pressão reduzida. É para ser considerado que a pressão de moldagem varia de acordo com a identidade e quantidade de agente(s) de expansão presente no gel espumável.

[0057]Se o carvão ativado não for “pré-hidratado” (“pré-impregnado”), a água pode ser injetada diretamente no segundo extrusor, onde é absorvido pelos poros do carvão ativado sob alta pressão. Em modalidades representativas, toda ou quase toda a água é absorvida pelo carvão ativado. É para ser considerado que outros líquidos que evaporem, decomponham ou reajam sob influência de calor para formar um gás, tais como, mas não limitado a, hidrocarbonetos, hidrocarbonetos halogena-

dos, álcoois, álcoois dihidricos, poliálcoois, cetonas, ésteres, éteres, amidas, ácidos e/ou aldeídos podem ser também, ou, alternativamente, utilizados. Água será aqui descrita como um líquido representativo absorvido pelo carvão ativado. O local da injeção de água no segundo extrusor não é particularmente limitado, contanto que a água seja injetada antes da matriz/fieira de extrusão. Pelo fato do carvão ativado ser pelo menos substancialmente homogeneamente distribuído dentro do gel espumável pelo primeiro extrusor, a água também fica pelo menos substancialmente distribuída dentro do gel espumável. A água no gel espumável pode agir como um agente líquido de expansão. Assim, o carvão ativado atua como um portador para levar o agente líquido de expansão para dentro do gel espumável. É de se notar que está inserido no contexto da invenção injetar a água dentro do primeiro extrusor em vez de, ou adicionalmente a, ao segundo extrusor. No entanto, em modalidades representativas, a água é injetada no segundo extrusor, pelo menos, em parte devido reatividade química diminuída como resultado da temperatura muito mais baixa do segundo extrusor.

[0058]Alternativamente, se o carvão ativado for “pré-hidratado”, como discutido em detalhe abaixo, o composto de carvão ativado hidratado/resina polimérica é adicionado ao segundo extrusor, onde é substancialmente homogeneamente distribuído dentro do gel espumável.

[0059]O gel espumável pode ser então extrusado através de uma matriz possuindo uma forma desejada até uma zona de menor pressão ou de pressão reduzida para formar a desejada estrutura de espuma ou produto espumado. A zona de menor pressão está numa pressão menor que aquela na qual o gel espumável é mantido antes da extrusão através de matriz. A pressão mais baixa pode ser superatmosférica ou subatmosférica (i.e., um vácuo), mas na maioria modalidades, é a nível atmosférico. A espuma assim produzida é uma espuma polimérica rígida, de células fechadas.

[0060]As quantidades de carvão ativado e água presentes no fundido polimérico podem ser controladas de forma independente de modo que uma desejada quantidade de água seja acrescentada ao polímero no gel espumável. Além disso, a água é adicionada na temperatura de fusão na matriz, uma temperatura que é menor do que a temperatura no interior do primeiro extrusor. Assim, a temperatura do gel espumável no segundo extrusor é muito mais baixa que a temperatura do gel espumável no primeiro extrusor. Esta temperatura mais baixa minimiza a formação de ácido bromídrico (HBr) no segundo extrusor. Como resultado, o potencial para o comportamento corrosivo do HBr será significativamente reduzido. Além disso, há menos de corrosão para os elementos do primeiro extrusor, pois a água é adicionada após o primeiro extrusor.

[0061]Espumas extrudadas possuem propriedades exigidas para as diferentes aplicações, e todas dependem da morfologia das células da espuma, ou seja, do tamanho das células, diâmetro efetivo da estrutura celular, espessura da parede celular, relação anisotrópica celular, e relação entre células abertas/fechadas. Entre essas características da estrutura celular, o tamanho da célula é um dos parâmetros mais importantes no controle do processo. Controlar a quantidade de carvão ativado e água no fundido polimérico fornece um meio eficaz para controlar o tamanho das células das espumas e alcançar uma ampla e desejada gama de tamanhos de célula para as espumas poliméricas. Além disso, tanto as propriedades físicas e de processo dos produtos de espuma podem ser melhoradas.

[0062]Voltando para a Figura 1, é ilustrado um primeiro e segundo extrusor em comunicação contínua para uso em conjunto com as modalidades aqui descritas. Como discutido acima, em uma modalidade representativa, o carvão ativado e água são adicionados separadamente a um primeiro extrusor e a um segundo extrusor, respectivamente. O primeiro extrusor para uso na presente invenção é geralmente indicado pelo numeral de referência 10. Os extrusores de rosca para uso na presen-

te invenção podem ser extrusores de rosca simples ou de rosca dupla. Para facilitar a discussão, é feita referência aqui com respeito a um extrusor de rosca simples. O extrusor 10 é formado de um tambor 12 e pelo menos uma rosca 14 que se estende substancialmente ao longo do comprimento do tambor 12. Um motor pode ser utilizado para alimentar as roscas 14. As roscas 14 contêm lances helicoidais 16 que giram na direção da seta 18. Os lances 16 da rosca 14 cooperam com a superfície interna cilíndrica do tambor 12 de modo a definir uma passagem para o avanço da resina e do carvão ativado através do tambor 12. O material polimérico espumável (resina polimérica) pode ser alimentado no extrusor de rosca 10 como um com capacidade de fluidez, tais como microesferas, grânulos ou 'pellets' a partir de uma ou mais tremonhas 20.

[0063] Como mostrado na Figura 1, as tremonhas e portas ao providas em posições projetadas sobre o extrusor para a adição da resina polimérica e do carvão ativado e para a injeção do(s) agente(s) de expansão ao tambor 12. Por exemplo, uma porta 23 é fornecida a jusante de uma tremonha de alimentação 20 para injetar o(s) agente(s) de expansão ao tambor 12. É de notar, no entanto, que outras portas e/ou tremonhas podem estar presentes em 12 o tambor para a inclusão de outros materiais ou aditivos, tais como, mas não limitado a, retardadores de chama, agentes de nucleação (por exemplo, talco), biocidas, agentes plastificantes, pigmentos, elastômeros, auxiliares de extrusão, antioxidantes, cargas, e/ou agentes antiestáticos. "Pellets" de coloração podem ser alimentados ao extrusor 10 a partir de uma tremonha de 'pellets' de coloração (não mostrado) para produzir um produto final com uma desejada cor ou aparência. Adicionalmente, pode haver uma porta ou tremonha separada para a adição do carvão ativado ao tambor 12, independentemente da resina polimérica. A resina e o carvão ativado podem ser acrescentados ao tambor 12 através da tremonha 20 simultaneamente ou quase simultaneamente. Por exemplo, o carvão ativado pode ser composto com a resina polimérica e adicionados

a tremonha de alimentação 20 como um material composto. Como usado aqui, o termo “substancialmente simultaneamente” destina-se a indicar que a resina polimérica e carvão ativado são alimentados ao tambor 12 ao mesmo tempo ou quase ao mesmo tempo.

[0064]À medida que o material polimérico espumável flui através do extrusor 10 a jusante na direção da seta 18, o espaçamento entre os lances 16 da rosca 14 diminui. O termo “a jusante” como aqui utilizado refere-se à direção do carvão ativado e da resina (e de outros compostos, agentes de expansão, ou aditivos) através dos tambores do primeiro extrusor 12 e segundo extrusor 32. Esse volume decrescente, juntamente com a ação mecânica e o atrito gerados pelo tambor 12 e a rosca 14, induzem o material polimérico espumável a fundir e formar um fundido de material polimérico.

[0065]À medida que o(s) agente de expansão é acrescentado ao fundido polimérico, o agente de expansão se torna solúvel; isto é, se dissolve no fundido polimérico. Em uma modalidade representativa da invenção, todo o agente de expansão é adicionado ao fundido polimérico através da porta de injeção 23 e não está pré-misturado com a resina polimérica. Em uma modalidade alternativa, uma parte do agente de expansão é pré-misturada com a resina polimérica. A parcela remanescente do agente de expansão pode ser adicionada através da porta de injeção 23 em comunicação direta com o tambor 12. Pela adição de uma parcela do agente de expansão através de porta de injeção 23, a quantidade de agente de expansão adicionado à resina polimérica e, finalmente, no produto final, pode ser precisamente monitorada e ajustada conforme necessário durante todo o processo de extrusão.

[0066]Uma vez a resina polimérica, carvão ativado, e agente de expansão tiverem sido introduzidos no tambor 12, o gel espumável resultante é submetido a mistura adicional para distribuir de modo substancialmente uniforme o carvão ativado e agente de expansão em todo o gel espumável. O gel espumável então flui atra-

vés do primeiro extrusor 10 na direção da seta 18 até chegar ao conduto 22.

[0067]O gel espumável é passado através do conduto 22 e no segundo extrusor de rosca 30 onde o gel espumável é resfriado até a temperatura de fusão na matriz. A água pode ser adicionada em qualquer local ao longo do tambor 32 do segundo extrusor contanto que a água seja injetada antes da matriz de extrusão 34 (e depois do primeiro extrusor 10). Em uma modalidade representativa, a água é injetada na porta de injeção 33. Um conjunto de vedação 36 impede o refluxo do gel espumável. O carvão ativado absorve a água de forma rápida e eficiente devido à sua alta afinidade para água e a alta pressão dentro do extrusor. Além disso, os finos tamanhos de poros do carvão ativado permitem predizer a eficácia da absorção de pequenas moléculas (por exemplo, água), mas não de grandes moléculas (por exemplo, poliestireno).

[0068]O gel espumável é então conduzido através do extrusor 30 pela ação da(s) rosca(s) e através da matriz de extrusão 34 que é projetada para delimitar o contorno da espuma na forma desejada e para criar uma queda de pressão que permita ao agente de expansão expandir e desenvolver uma estrutura celular espumada na forma de uma camada ou placa espumada. Esta área de pressão reduzida dentro da matriz de extrusão pode estar na pressão atmosférica ou abaixo da pressão atmosférica (ie, um vácuo). A espuma polimérica pode ser submetida a processamento adicional, tal como laminação, imersão em água, sprays de resfriamento, ou outras operações para controlar a espessura e outras propriedades do produto de espuma resultante.

[0069]Em uma modalidade alternativa, a água é adicionada ao fundido polimérico no primeiro extrusor 10, tal como através de porta de injeção 23, após a adição do carvão ativado. A água é rapidamente absorvida pelos poros do carvão ativado, devido à alta afinidade do carvão ativado para a água e a alta pressão dentro do tambor 12. O gel espumável resultante é submetido a uma mistura adicional para

distribuir de forma substancialmente uniforme o carvão ativado hidratado e o agente de expansão em todo o gel de polímero à medida que ele é conduzido a jusante no tambor 12. O gel espumável é então passado através do conduto 22 e para dentro do segundo extrusor 30, onde o gel espumável é adicionalmente processado na temperatura de fusão na matriz. Se desejado, água adicional pode ser injetada no segundo extrusor em qualquer local no tambor 32, contanto que ela seja adicionada antes do gel espumável atingir a matriz de extrusão 34. Tal como acontece com a modalidade discutida acima, o gel espumável é em seguida conduzido através da matriz de extrusão 34 para produzir a espuma de polímero.

[0070]Em uma modalidade em separado, o carvão ativado é “pré-hidratado” antes de sua adição ao extrusor. Por exemplo, o carvão ativado pode ser colocado em uma sala condicionada ou outro gabinete ou câmara onde a temperatura e a umidade dentro do recinto possam ser controladas com precisão. Para “pré-hidratar” o carvão ativado, o carvão ativado pode ser composto com a resina polimérica de modo a formar um composto de carvão ativado/resina polimérica. O composto poroso pode então ser colocado na câmara de condicionamento (câmara de umidade), onde o carvão ativado absorve água do ar durante um período de cerca de 1 a cerca de 3 dias. Ao colocar o carvão ativado em um ambiente de umidade controlada, a quantidade de água absorvida pelo carvão ativado pode ser controlada e o carvão ativado pode ser hidratado, ou “pré-hidratado”, até uma quantidade específica desejada. A frase “carvão ativado pré-hidratado”, como usado aqui, significa incluir carvão ativado que foi impregnado com água (ou com outro líquido que evapora, decompõe, ou reage sob a influência de calor para formar um gás) antes da adição a um extrusor. Em modalidades representativas, o carvão ativado contém de cerca de 0,5 a cerca 10% em peso de água, ou de cerca 1,0 a cerca de 3,0% em peso de água.

[0071]Alternativamente, o carvão ativado pode ser “pré-hidratado” por impregnação de vapor. Nesta modalidade representativa, o carvão ativado pode ser

primeiramente composto com a resina polimérica para formar um composto de carvão ativado/resina polimérica. O composto poroso pode então ser colocado em um recipiente pressurizado e tratado com vapor durante alguns minutos. O prazo para a impregnação de vapor é dependente da pressão do reservatório, mas é geralmente inferior a 10 minutos. Em pelo menos uma modalidade representativa, o prazo é de cerca 1 a cerca de 3 minutos. A uma pressão elevada, menos tempo é necessário para o hidrato de carvão ativado dentro do composto poroso. A pressão do reservatório pode variar de 0 a cerca de 1380 kPa (13,8 bar ou 200 psi), e em algumas modalidades representativas, de cerca de 140 kPa a 690 kPa (0,14 bar a 0,69 bar ou 2,0 a cerca 10 psi). Com a impregnação com vapor, o carvão ativado absorve rapidamente a água para alcançar o desejado grau de hidratação, particularmente quando comparado com a hidratação do carvão ativado em um ambiente de umidade controlada.

[0072]Uma vez que a pré-hidratação do carvão ativado esteja completa, o composto poroso hidratado pode ser adicionado ao segundo extrusor 30. Em tal modalidade representativa, uma porção da resina polimérica pode ser utilizada para formar o composto de carvão ativado/resina polimérica e uma segunda porção da resina polimérica pode ser adicionada ao primeiro extrusor 10 (sem combinar), como discutido em detalhes acima. Por exemplo, a “segunda” porção da resina polimérica pode ser adicionada ao primeiro extrusor 10 através da tremonha de alimentação 20. A resina polimérica flui para jusante através do tambor 12, enquanto que a ação mecânica e o atrito que são gerados pelo tambor 12 e a rosca 14 induzem o material polimérico espumável a fundir e formar o fundido de material polimérico.

[0073]Pelo menos um agente de expansão pode ser adicionado ao fundido de material polimérico, tal como pela porta de injeção 23, para formar um gel espumável. O gel espumável flui através do restante do tambor 12 do primeiro extrusor 10 até o conduto 22. Até o momento do gel espumável atingir o conduto 22, o agen-

te de expansão permanece substancialmente uniformemente distribuído dentro do fundido de polímero. O gel espumável pode então ser passado através do conduto 22 e do segundo extrusor 30 onde o gel espumável é resfriado desde a temperatura de fusão da mistura no primeiro extrusor até a temperatura de fusão na matriz no segundo extrusor. Em modalidades representativas, o composto poroso hidratado é adicionado no alimentador de fundido selado 36. Alternativamente, o composto hidratado poroso pode ser alimentado a uma tremonha de alimentação posicionada sobre o segundo extrusor 30, tal como a tremonha de alimentação 38 ilustrada na Figura 1. O gel espumável contendo o composto poroso hidratado pode ser então conduzido através do tambor 32 do extrusor 30. O gel espumável deixa o tambor 32 através da matriz de extrusão 34 para formar uma espuma de polímero como discutido acima.

[0074]Em uma modalidade representativa alternativa, o composto poroso hidratado pode ser alimentado no primeiro extrusor 10 através da tremonha de alimentação 20. Nesta modalidade representativa, o composto poroso hidratado pode ser adicionado ao primeiro extrusor 10 através da tremonha de alimentação 20 com ou sem adicional de resina polimérica. Semelhante às outras modalidades representativas aqui descritas, o composto poroso hidratado (contendo o adicional de resina polimérica) flui através do tambor 12 do primeiro extrusor 10 a uma temperatura de fusão da mistura para formar o material de fundido polimérico.

[0075]Um agente ou agentes de expansão pode ser injetado no fundido polimérico através da porta de injeção 23 para formar um gel espumável. O gel espumável pode ser misturado dentro do tambor 12 do extrusor 10 para distribuir de modo substancialmente uniforme o carvão ativado impregnado de água e o agente de expansão em todo o gel de polímero. O gel espumável pode ser alimentado através do conduto 22 e para dentro do segundo extrusor 30, onde o gel espumável é ainda processado na temperatura de fusão na matriz. É para ser considerado que se o

carvão ativado for pré-hidratado, seja por meio de um ambiente com umidade controlada ou por impregnação de vapor, não existe necessidade de injetar água para dentro de nenhum do primeiro extrusor ou do segundo extrusor. Todavia, se desejado, a água pode ser injetada no segundo extrusor 30 em qualquer local no tambor 32 antes da matriz de extrusão 34, ou em qualquer ponto do primeiro extrusor 10. Tal como acontece com as modalidades discutidas acima, o gel espumável é então conduzido através da matriz de extrusão 34 para produzir a espuma de polímero.

[0076]Em uma modalidade alternativa, o carvão ativado pode ser colocado em uma câmara de umidade ou ser impregnado com vapor para pré-hidratar o carvão ativado, tal como descrito em detalhes acima, mas sem qualquer composição com uma resina polimérica. Este carvão ativado pré-hidratado pode ser adicionado tanto ao primeiro extrusor ou ao segundo extrusor. Por exemplo, o carvão ativado pré-hidratado pode ser alimentado no primeiro extrusor 10 através da tremonha de alimentação 20 com a resina polimérica. O carvão ativado pré-hidratado flui através do tambor 12 do primeiro extrusor 10 e se mistura com a resina polimérica para formar um fundido de material polimérico. Um ou mais agentes de expansão pode ser injetado no fundido polimérico na porta de injeção 23 para formar um gel espumável. O gel espumável é adicionalmente misturado dentro do tambor 12 do extrusor 10 de modo a distribuir de forma substancialmente uniforme o carvão ativado pré-hidratado e agente de expansão em todo o gel de polímero. O gel espumável pode ser alimentado através do conduto 22 e para dentro do segundo extrusor 30, onde o gel espumável é adicionalmente processado na temperatura de fusão na matriz. Não há necessidade de acrescentar água adicional a nenhum do primeiro extrusor ou segundo extrusor porque o carvão ativado está pré-hidratado. Entretanto, está inserido no escopo da invenção injetar diretamente água no segundo extrusor 30, em qualquer posição no tambor 32 antes da matriz de extrusão 34, ou em qualquer ponto do primeiro extrusor 10. Tal como acontece com as modalidades discutidas acima, o gel

espumável é em seguida conduzido através da matriz de extrusão 34 para produzir a espuma de polímero.

[0077]Se o carvão ativado pré-hidratado é adicionado ao segundo extrusor 30, pode ser adicionado através do alimentador de fundido selado 36 ou através da tremonha de alimentação 38. Em particular, a resina polimérica pode ser adicionada ao primeiro extrusor 10 e o(s) agente(s) de expansão pode ser injetado no primeiro extrusor 10 na porta de injeção 23. Uma vez que a resina polimérica e o(s) agente(s) de expansão sejam introduzidos no primeiro extrusor 10 e serem misturados para formar um gel espumável em que o agente de expansão está substancialmente uniformemente distribuído em todo o gel espumável, o gel espumável deixa o primeiro extrusor 10 e flui através conduto 22 e para dentro do segundo extrusor. O carvão ativado pré-hidratado pode ser adicionado ao segundo extrusor no alimentador de fundido selado 36. O carvão ativado pré-hidratado fica bem misturado dentro do gel espumável na temperatura de fusão na matriz. O gel espumável é conduzido através do segundo extrusor 30 sendo passado através da matriz de extrusão como descrito anteriormente para formar uma espuma.

[0078]A composição de espuma de acordo com um aspecto da presente invenção produz placas de espuma polimérica rígida, de células fechadas, preparadas através de um processo de extrusão. As espumas extrudadas possuem uma estrutura celular com células definidas por membranas e escoramentos celulares. Os escoramentos são formados na interseção das membranas celulares, com as membranas celulares que cobrem as janelas de interconexão celulares entre as escoras. Na presente invenção, a composição inventiva produz espumas com células substancialmente fechadas com uma densidade média de cerca de 24 a cerca de 80,09 kg/m³ (0,024 a cerca de 0,08 g/cm³ ou de 1,5 a cerca de 5,0 lbs/ft³), ou a partir de 28,83 a 48,055 kg/m³ (0,029 a 0,048 g/cm³ ou de 1,8 a cerca de 3,0 lbs/ft³). É para ser considerado que a frase “célula substancialmente fechada” serve para indicar que a es-

puma contém todas as células fechadas ou quase todas as células na estrutura celular estão fechadas. Na maioria das modalidades representativas, não mais que cerca de 5,0% das células são células abertas ou de outra forma células “não-fechadas”. A estrutura de célula fechada contribui para aumentar o valor-R de um produto de isolamento espumado, formado. É para ser considerado, no entanto, que está no escopo da presente invenção produzir uma estrutura de células abertas, embora tal uma estrutura de células abertas não seja uma modalidade representativa.

[0079]Além disso, a composição de espuma inventiva produz espumas extrudadas que possuem um desejado tamanho de célula. Em pelo menos uma modalidade, o tamanho médio de célula da espuma inventiva e dos produtos espumados é de cerca de 0,100 mm (100 micra) até cerca de 0,400 mm (400 micra) e, em algumas modalidades, de cerca de 0,250 mm (2500 micra) até cerca de 0,300 mm (300 micra). A espuma inventiva extrudada pode ser transformada em um produto de isolamento tal como placas rígidas de isolamento, espuma de isolamento, produtos de embalagens, como isolamento para construções ou isolamento de subsolos (por exemplo, estradas, pistas de aeroportos, estradas de ferro, e isolamento de utilidade em subsolos), e em aplicações comerciais tais como grandes câmaras frias e congeladores.

[0080]Um outro aspecto das espumas extrudadas inventivas é que elas possuem um alto nível de estabilidade dimensional. Por exemplo, a alteração dimensional em qualquer direção é de cerca de 5% ou menos. Além disso, a espuma formada pela composição inventiva é desejavelmente monomodal e as células têm um tamanho médio de célula relativamente uniforme. Como usado aqui, o tamanho médio de célula é uma média dos tamanhos das células, como determinado nas direções X, Y e Z. Em particular, a direção “X” é a direção de extrusão, a direção “Y” é a direção transversal à máquina, e a direção “Z” é a espessura. Na presente invenção, o maior impacto na ampliação da célula é nas direções X e Y, o que é o desejável a partir de

uma perspectiva de orientação e de valor-R. Além disso, adicionais modificações no processo podem permitir o aumento da orientação-Z para melhorar as propriedades mecânicas, ao mesmo tempo em que ainda conseguindo uma propriedade térmica aceitável. A espuma inventiva extrudada pode ser usada para produzir produtos de uso em isolamento, tais como placas rígidas de uso em isolamento, espuma de isolamento, e produtos de embalagem.

[0081]Existem inúmeras vantagens de se utilizar a composição da presente invenção para formar produtos de espuma. Por exemplo, o agente de expansão utilizado na formulação inventiva não apresenta um alto potencial de aquecimento global e tem um potencial baixo ou nenhum, na destruição da camada de ozônio. Além disso, o carvão ativado e a água podem ser adicionados ao fundido polimérico em uma forma convencional. Portanto, não há necessidade de se modificar os equipamentos existentes ou de alterar as linhas de produção para acomodar tanto o carvão ativado ou a água. Além disso, o carvão ativado é ambientalmente amigável e não cria qualquer preocupação ambiental negativa. Além disso, o carvão ativado aumenta o tamanho médio da célula do produto espumado, sem impacto negativo nas propriedades físicas ou térmicas do produto. O carvão ativado funciona como agente de controle do tamanho de célula, um agente de ampliação do tamanho das células, um auxiliar de processo, e um agente de atenuação do infravermelho.

[0082]Tendo descrito de modo geral essa invenção, uma maior compreensão pode ser obtida a partir da referência a certos exemplos específicos ilustrados abaixo, os quais são providos apenas para propósitos de ilustração e não são pretendidos a serem todos inclusivos ou limitantes da invenção, a menos que de outro modo especificado.

Exemplos

Exemplo 1

[0083]Um composto microporoso (PS/PAC25) que consistia de 75% em pe-

so de poliestireno (NOVA 1600 NOVA Chemical, PA) e 25% em peso de carvão ativado em pó (DARCO KB-G da Norit Americas Inc., Texas) foi preparado por um processo de extrusão usando um extrusor de rosca dupla LMP Leistitz.

[0084]O composto microporoso formado, PS/PAC25 foi medido quanto à porosidade, tamanho de poro, e densidade, através de uma análise por intrusão de mercúrio. Os resultados são estabelecidos na Tabela 1.

Tabela 1

Análise da Porosidade de Composto Microporoso PS/PAC25

Item	Resumo de dados de intrusão
Porosidade	18,61%
Diâmetro médio de poro (volume)	0,396 micron
Diâmetro médio de poro (área)	0,005 micron
Diâmetro médio de poro (4V/A)	0,02 micron
Área total de poro	0,194 mL/g
Densidade mássica a 0,038 bar	0,957 g/mL
Densidade aparente	1,176 g/mL

[0085]O composto micro-poroso foi ainda tratado por (1) condicionamento da temperatura e da umidade e (2) impregnação de vapor. No teste de condicionamento da temperatura e da umidade, o composto micro-poroso foi colocado em uma câmara de condicionamento, onde a temperatura foi controlada entre 20 °C e 30 °C e a umidade relativa do ar foi mantida entre 50 e 98% por 24 a 72 horas. O grânulo do composto PS/PAC25 tinha um tamanho de cerca de 2-3 mm. A Tabela 2 resume o teor de água dos compostos microporosos sob variadas condições de temperatura e de umidade.

Tabela 2

Carga do composto (%)	Condicionamento controle de temperatura/umidade	%p água absorvida por dias de prazo
-----------------------	---	-------------------------------------

	relativa (UR)	Dia 1	Dia 2	Dia 3
40 (NG679 ^(a))	21,1 °C (70 °F)/50% UR	0,06	0,06	0,06
	36,7 °C (98 °F)/80-85% UR	0,34	0,43	0,44
25 (CA3 ^(b))	21,1 °C (70 °F)/50% UR	0,59	0,63	0,65
	36,7 °C (98 °F)/80-85% UR	1,56	1,79	1,80
25 (KB-G ^(b))	21,1 °C (70 °F)/50% UR	0,37	0,38	0,40
	36,7 °C (98 °F)/80-85% UR	0,99	1,05	1,05

(a) – amostra controle, composto 40% grafite expandido NG679

(b) – poliestireno com 25% de carvão ativado em pó (CA3 ou KB-G, ambos produzidos pela ativação química de madeira usando processo ácido fosfórico da Norit Americas Inc., Texas)

[0086]No teste por impregnação de vapor, os compostos microporosos foram tratados com vapor em um recipiente sem pressão por aproximadamente 10 minutos e em um recipiente pressurizado por cerca de 5 minutos. A Tabela 3 mostra que, depois de impregnar vapor sob pressão o composto de poliestireno-carvão ativado por 5 minutos em um recipiente pressurizado, foi verificado um aumento no teor de água do material composto. Esses experimentos demonstraram que o carvão ativado em pó, depois de combinar com um polímero, manteve-se um eficaz absorvente de água.

Tabela 3

PAC*	PS/PAC25-SI
	%p H ₂ O após impregnação com vapor
KB-G	22,7
CA3	20,8

*Carvão ativado Darco produzido pela ativação química de madeira usando processo ácido fosfórico da Norit Americas Inc., Texas

Exemplo 2

[0087] Nas amostras seguintes e amostras controle, placas rígidas de poliestireno são preparadas através de um extrusor de rosca dupla LMP. A tabela 4 mostra as condições do processo para amostras em um extrusor para produzir placas de espuma possuindo uma largura de 40,6 cm (16 polegadas) e uma espessura de 2,54 cm (1 polegada).

Tabela 4

Condições de Processo das Amostras

%p de HFC-134a	4
%p de CO ₂	2
Pressão de injeção kPa (psi)	13000 – 17000 (1950 – 2400)
Temperatura de fusão na matriz, (°C)	110 - 130
Pressão na matriz, kPa (psi)	6900 – 8280 (1000 – 1200)
Velocidade linear, m/minuto (ft/minuto)	5 – 10 (16 – 35)
Folga na matriz, mm	0,8 – 1,5
Vácuo, kPa (polegada Hg)	0 – 3,4 (0 a 16)

[0088] Os resultados do Exemplo 2 estão resumidos nas Tabelas 5 e 6. O tamanho das células foi determinado por microscópio Nikon Optiphot-2 óptico e software de análise de imagem Clemex Vision. A densidade da espuma foi medida de acordo com ASTM C-303.

Tabela 5

Identificação da amostra	%p PAC	%p nano-grafite	Tamanho médio de célula (mm)
P-G1	0	0	0,16
P-G2	0	1,12	0,14

P-G3	0	1,25	0,13
P-G4	0	1,68	0,11
P-G5	0	2,24	0,09
P-A1	0	0	0,16
P-A2	0,5	0	0,20
P-A3	1	0	0,21
P-A4	1,5	0	0,27
P-A5	2	0	0,27

Tabela 6

Identificação da amostra	%p água injetada	Tamanho médio de célula (mm)	Densidade kg/m ³ (pcf)
P-H1	0	0,312	31,2 (1,95)
P-H2	0,2	0,302	28,2 (1,76)
P-H3	0,4	0,326	26,1 (1,68)

[0089]Os dados apresentados na Tabela 6 ilustrados pela adição de 0,2% em peso do presente PAC (ou 0,8% em peso de compostos PS/PAC25), além da injeção de água até 0,4% em peso durante o processo, aumentou a largura da placa de aproximadamente 50,8 cm (20 polegadas) para 58,5 cm (23 polegadas) e a densidade da espuma de poliestireno extrudada foi também reduzida de aproximadamente 31 Kg/m³ para cerca de 27 Kg/m³.

[0090]Como mostrado na Figura 2, a adição de nano-grafite em um processo de formação de espuma tem um profundo efeito sobre a nucleação do tamanho de célula. Por outro lado, a adição de composto microporoso ativado/poliestireno com cerca de 2,2%p a 2,3%p de água trabalhou como um eficaz agente de ampliação de tamanho de células.

Exemplo 3

[0091]A resina de poliestireno utilizada neste exemplo foi um poliestireno

possuindo um índice de fusão em torno de 5.2 e um peso molecular de 250.000 (NOVA 1600 da NOVA Chemical, Inc., PA). O composto micro-poroso do Exemplo 1, PS/PAC25, foi misturado com o poliestireno antes de alimentar a mistura de composto microporoso/poliestireno em um extrusor de dupla rosca em co-rotação (Leistritz ZSE D-27 com 27 mm e L/D 40).

[0092]O agente de expansão, dióxido de carbono (da Praxair), foi injetado na extrusora na posical /D 16 (na zona de fusão e mistura) através de uma bomba do tipo seringa ISCO 1000D. Durante todo o processo de extrusão, a temperatura e a pressão foram mantidas acima dos pontos supercríticos; ou seja, o dióxido de carbono mantido na fase supercrítica antes de ser espumado na matriz.

[0093]Água foi injetada por meio de uma bomba de seringa ISCO 1000D na posição L/D 26 (a zona de condução) próxima da matriz. Durante o processo de extrusão antes da formação de espuma, a água foi mantida em fase líquida, de acordo com o diagrama de fases P-T da água.

[0094]As formulações e os correspondentes tamanhos de células são apresentados na Tabela 7. Os parâmetros de teste foram mantidos idênticos a fim de comparar o efeito do carvão ativado em pó e a água: ou seja, velocidade da rosca de 50 rpm, temperatura da matriz 115-120 °C, pressão da matriz 8270 a 9650 kPa (82,7 a 96,5 bar ou 1200 a 1400 psi), temperatura de fusão de 130 °C a 135 °C.

Tabela 7

Identificação da amostra	Fórmula				Tamanho de célula (micra)
	%p PS (poliestireno)	%p Composto poliestireno-carvão ativado (PAC)	%p H ₂ O	scCO ₂ pph	
Controle	88	12 (3)	0	4	<100 (não

					possível de pro- cessar)
1	88	12 (3)	0,4	4	272
2	88	12 (3)	0,6	4	263
3	80	20 (5)	0,6	4	243

[0095]Concluiu-se a partir dos dados estabelecidos na Tabela 7 que carvão ativado em pó como um carreador de água (com um teor de 3 a 5%p de carvão ativado e 0,4 a 0,6%p de água) foi um efetivo agente de ampliação de tamanho de célula. Adicionalmente, foi determinado que o carvão ativado também contribuiu para aumentar o tamanho das células da espuma produzida. Em particular, o tamanho das células foi aumentado em mais de 100%. Além disso, um desejado tamanho médio de célula de cerca de 240 a cerca de 280 micra foi alcançado na placa de espuma utilizando scCO₂ como agente de expansão.

Exemplo 4

[0096]Amostras de espuma foram preparadas de acordo com o procedimento estabelecido acima com respeito ao Exemplo 3, exceto que dois aditivos foram utilizados. Ou seja, a água foi pré-tratada com uma mistura de 10% de bicarbonato de sódio com base em 100% em peso de água e um hexabromociclododecano micro-encapsulado (ME-HBCD) foi usado como um retardador de chamas. Os dados dos testes estão na Tabela 8.

Tabela 8

Identificação da amostra	Fórmula					Tamanho de célula (micra)
	%p PS	%p Com- posto PS/PAC25	%p H ₂ O (NaHCO ₃)	ME- HBCD	scCO ₂ pph	
A	88	12 (3)	0,4	0	4	267

B	87	12 (3)	0,4	1	4	267
C	78	20 (5)	0,6	2	4	290

[0097] Os dados apresentados na Tabela 8 demonstraram que, durante um processo de extrusão utilizando carvão ativado em pó, não houve reação observável entre os retardadores de chama bromados micro encapsulados e água.

[0098] Além disso, as morfologias das células das amostras dos Exemplos 3 e 4 foram observadas com o uso de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). A espessura média da parede celular entre duas células, o diâmetro efetivo do escoramento da célula onde três ou mais células se encontram, e os tamanhos das células foram medidos. Os resultados estão resumidos na Tabela 9. Na Tabela 9, x é a direção de extrusão, y é a direção da largura da placa e z é a direção da espessura da placa.

Tabela 9

Identificação da amostra	Tamanho da célula (micra)				Espessura da parede da célula (micra)	Diâmetro equivalente do escoramento (micra)
	x	y	z	média		
1	229	300	284	272	3,7	11,8
A	224	294	283	267	3,5	9,4

[0099] Uma tipicamente estrutura de célula de uma espuma de extrudado de poliestireno com 3% AC, 0,4% H₂O (NaHCO₃) e 4% scCO₂ tinha uma parede de célula de 2,1 micra, um escoramento de 9,2 micra, e um tamanho médio de célula de 277 micra. A estrutura da célula está descrita na Figura 3.

Exemplo 5

[00100] As amostras foram preparadas seguindo os procedimentos descritos no Exemplo 4, utilizando um carvão ativado em pó pré-impregnado com água (grau

KB-G) e um composto de poliestireno (PS/PAC25-SI) do Exemplo 1. A Tabela 10 mostra a formulação e os tamanhos de células.

Tabela 10

Identificação da amostra	Fórmula			Tamanho de célula (micra)
	%p PS	%p PS/PAC25-SI	scCO ₂ pph	
1	92	8	4	246
L	92	8	4	273

[00101]Concluiu-se que composto de carvão ativado em pó, pré-impregnado com água foi também um eficaz agente de ampliação de células e conseguiu um desejado tamanho de células usando dióxido de carbono supercrítico como o único agente de expansão. Além disso, foi determinado que um carvão ativado microporoso e composto polimérico que foi impregnado de água por meio de qualquer condicionamento ou por efeito de vapor pode ser efetivamente alimentado em um extrusor a partir de uma zona de carregamento de sólidos para dentro de um primeiro extrusor ou para dentro em uma seção de alimentador de fundido selado na entrada do segundo extrusor.

[00102]A invenção do presente pedido foi descrita acima tanto genericamente e com respeito às suas modalidades específicas. Embora a invenção tenha sido apresentada naquilo que é considerado ser as suas modalidades preferidas, uma grande variedade de alternativas conhecidas por aqueles usualmente versados na técnica pode ser selecionada no contexto da invenção como um todo. A invenção não está de nenhum modo limitada, exceto pelas reivindicações apresentadas a seguir.

REIVINDICAÇÕES

1. Composto contendo carvão poroso pré-impregnado para carrear água para dentro de um extrusor em um processo de extrusão para formar uma espuma polimérica rígida, de célula fechada, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

um composto contendo carvão poroso não-encapsulado, o qual é carvão ativado em pó com um tamanho de partícula médio de 10 micra a 30 micra, composto com pelo menos um material polimérico alquênico aromático compreendendo mais que 95% em peso de poliestireno, o referido composto contendo carvão poroso tendo um teor de água impregnada de 0,2% a 2% em peso do material polimérico,

em que a espuma polimérica rígida, de célula fechada, resultante compreende:

pelo menos 95% células fechadas,

uma densidade média de 24 a 80,09 kg/m³ (1,5 lbs/pés³ a 5 lbs/pés³), e

um tamanho de célula médio de 0,1 mm a 0,4 mm.

2. Composto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a água impregnada foi tratada com um tratamento selecionado a partir do grupo consistindo em: um tensoativo, um emulsificante, um agente umectante e de penetração, um neutralizador, um inibidor de corrosão, um agente de expansão químico, e combinações destes.

3. Composto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a água impregnada foi tratada com um neutralizador.

4. Composto, de acordo com a reivindicação 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o neutralizador compreende bicarbonato de sódio.

5. Composto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o agente de expansão compreende ainda um hidrofluorcarbono.

6. Composto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a densidade média é de 28,83 a 48,06 kg/m³ (1,8 lbs/pés³ a 3 lbs/pés³).

7. Composto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a espuma polimérica rígida, de célula fechada, resultante tem uma alteração dimensional em qualquer direção de não mais que 5%.