



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



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

CARTA PATENTE N.º PI 0418803-9

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0418803-9

(22) Data do Depósito : 27/05/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 08/12/2005

(51) Classificação Internacional : B32B 27/00; B32B 27/32

(54) Título : "RECIPIENTE DE BICAMADAS PARA SUBSTÂNCIAS PERIGOSAS E PROCESSO PARA PRODUZIR O MESMO".

(73) Titular : GREIF INTERNATIONAL HOLDING B.V., Sociedade Holandesa. Endereço: Bergseweg 6, 3633 AK Vreeland, Holanda (NL).

(72) Inventor : Boaz Gutwillig. Endereço: a/c Pachmas Metal Plastic & Fibre Industries, Kibbutz Hahoreshe, Ein Hahoreshe 38980, Israel. Cidadania: Israelense.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 25/11/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 25 de Novembro de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**RECIPIENTE DE BICAMADAS PARA SUBSTÂNCIAS PERIGOSAS E PROCESSO PARA PRODUIR O MESMO**".

Campo da Invenção

- 5 [001] A presente invenção refere-se ao campo de recipientes. Mais particularmente, a invenção refere-se a um recipiente de bicamadas co-extrudado para substâncias perigosas.

Antecedentes da Invenção

- 10 [002] Muitos recipientes da técnica anterior para substâncias perigosas, tais como produtos químicos para uso em agricultura, são formados por moldagem de fluxo de co-extrusão de múltiplas camadas. Cada camada fornece uma característica diferente ao laminado formado.

- 15 [003] Além de ter pouca permeabilidade, resistência elevada ao impacto, resistência elevada ao fissuramento por tensão, e ser quimicamente resistente às substâncias perigosas para prevenir dano ao ambiente, tais recipientes são também preferivelmente de baixo peso, resistência mecânica elevada de modo que eles sejam comercialmente atrativos, particularmente àqueles que trabalham em aplicações a-
20 grícolas.

- [004] Recipientes para substâncias perigosas são submetidos aos seguintes testes, de acordo com a Recomendação UN para o Transporte de Mercadorias Perigosas:

- 25 [005] Teste de queda, a -18°C e em uma altura correspondente ao peso específico do material que está sendo testado e a classe do material;

- [006] Teste de proteção contra vazamento, a 20 kPa acima da pressão atmosférica;

- 30 [007] Teste de pressão interna, a 150 kPa acima da pressão atmosférica durante 30 minutos; e

[008] Teste de compressão por empilhamento, para demonstrar sua estabilidade dimensional e comportamento de fissuramento por tensão, em uma altura de empilhamento de 3 m que inclui a altura da amostra de teste e em uma temperatura de 40°C, durante uma duração de 28 dias.

[009] A camada interna, isto é, a camada de barreira, precisa ser essencialmente impermeável à substância perigosa, particularmente se ela for um líquido ou um gel. A camada de barreira é geralmente feita de poliamida, com uma espessura mínima de 30 microns, para assegurar que o recipiente permaneça estruturalmente forte e quimicamente estável.

[0010] A camada externa fornece resistência mecânica e resistência ao fissuramento por tensão, para proteger os conteúdos do recipiente contra choques mecânicos. Tipicamente, a camada externa é feita de HD-PE de peso molecular elevado.

[0011] A camada externa e a camada interna são usualmente quimicamente incompatíveis, resultando em deslaminação, ou separação, quando coextrudada às camadas adjacentes. Conseqüentemente, uma camada adesiva, tal como poliolefina modificada, é interposta entre as camadas externas e internas, para fornecer ligação ideal entre elas.

[0012] Muitos recipientes também empregam uma camada remoída feita de material de sucata fundido, tal como aquele que foi removido durante o processo de compressão durante a formação da configuração selecionada do recipiente, de modo que o produto final possa ser mais barato. Um recipiente agroquímico de quatro camadas típico pode compreender, por percentagem de volume, uma camada interna de 8%, uma camada adesiva de 5%, uma mistura de HDPE e camada de material remoído de 72% e uma camada externa de 15%. Quando uma camada remoída não é empregada, a camada externa compre-

enderia 87% por volume do recipiente, e portanto o uso de uma camada de remoagem significativamente reduz os custos de fabricação.

[0013] Entretanto, cada das três ou quatro camadas é produzida por meio de um extrusor separado, com o material extrudado sendo
5 combinado em uma matriz de co-extrusão para formar uma *parison* de multicamadas, ou massa modelada por tubo de material de plástico derretido. A *parison* é então modelada por sopro, pelo que o gás comprimido, tal como ar, é injetado dentro do interior da *parison*, fazendo com que a última se expanda e assuma o contorno de um molde fechado,
10 chado, que é posicionado para envelopar a *parison*. O recipiente é então desmoldado e aparado. Quando o número de camadas do recipiente aumenta, o processo de fabricação torna-se correspondentemente mais complexo e caro.

[0014] É um objetivo da presente invenção fornecer um recipiente
15 de bicamada para substâncias perigosas.

[0015] É um objetivo adicional da presente invenção fornecer um recipiente que seja feito de material que é quimicamente resistente a substâncias perigosas e que tenham uma resistência elevada ao impacto.

20 [0016] É um objetivo adicional da presente invenção fornecer um recipiente de bicamada que possa ser economicamente produzido.

[0017] Outros objetivos e vantagens da invenção tornar-se-ão evidentes quando a descrição prosseguir.

Sumário da Invenção

25 [0018] A presente invenção fornece um recipiente de bicamada para substâncias em forma líquida ou de gel, particularmente solventes aromáticos, solventes alifáticos, cetonas, querosenes, álcoois e pesticidas e herbicidas que são dissolvidos em tais solventes (também chamados Agro-químicos) podem também ser carregados nos recipientes de bicamadas, todos são perigosos para seres humanos ou para
30

animais quando trazidos em contato com a pele, quando engolidos, ou quando introduzidos na terra, areia e similares - a seguir referidas como "substâncias perigosas".

5 [0019] O referido recipiente de bicamadas compreende camadas externa e interna co-extrudadas, a referida camada externa compreendendo material remoído das referidas camadas externa e interna.

[0020] Preferivelmente, a camada externa é produzida de uma mistura de polietileno de alta densidade virgem, MAgPE (Co-polímero de Polietileno Enxertado com Anidrido Maléico) variando de 3 a 4% e 10 material remoído tanto da camada interna quanto da externa, o referido material remoído variando de 15 a 40%, e preferivelmente 30%, da camada externa. A camada externa tem uma espessura que varia de 90% a 98% da espessura de parede total do recipiente.

[0021] O polietileno de alta densidade adequado para fornecer resistência mecânica e resistência ao fissuramento por tensão, tem um 15 índice de fluxo de fusão de 4,5 a 10,0 g/10 minutos (a 190°C/21,6 Kg), uma densidade de aproximadamente 0,952 g/cm³, uma intensidade de produção de aproximadamente 28 MPa quando estendido em 50 mm/minuto, um alongamento maior do que 700% em rompimento, um 20 módulo de flexão de aproximadamente 1200 MPa, uma dureza de aproximadamente 66 Shore D, uma resistência ao impacto denteado de aproximadamente 100 KJ/m², e uma resistência ao fissuramento por tensão ambiental maior do que 400 horas.

[0022] Em uma modalidade preferida da invenção, a camada ex- 25 terna também compreende um agente de acoplamento MAgPE tendo uma densidade que varia entre 0,956 - 0,960 g/cm³; uma taxa de fluxo de massa que varia entre 2 - 3 g/10 minutos (a 190°C/2.16 kg), um ponto de fusão que varia entre 133 - 136°C, um teor de umidade menor do que 0,1%, e um nível de enxerto de Anidrido Maléico de aproximadamente 1,0% em peso. O agente de acoplamento é misturado 30

com o HD_PE e o material remoído na camada externa em uma concentração que varia entre 3 - 4% do MAgPE, para ligar as camadas interna e externa sem a necessidade de uma camada adesiva separada.

5 [0023] Em um aspecto, a camada externa também compreende até 2% de concentração de cor Master Batch (MB).

[0024] Preferivelmente, a camada interna é feita de homopolímero de poliamida, tal como náilon, tendo uma densidade de aproximadamente 1,06 g/cm³, uma resistência ao impacto denteado de aproximadamente 65 *Charpy* a 23°C quando seco e aproximadamente 15 *Charpy* a -30°C quando seco, uma permeabilidade, quando medido em folhas de 1 mm, de aproximadamente 0,42 g/m²-dia para dioxano, 0,038 g/m²-dia para N-hexano, 0,13 g/m²-dia para tolueno, 0,41 g/m²-dia para dissulfeto de carbono, 2,8 g/m²-dia para clorofórmio, e 0,03 g/m²-dia para etiléter, uma taxa de fluxo de volume de massa de aproximadamente 35 ml/10 minutos as 275°C/ 5 kg, um ponto de fusão de aproximadamente 222°C, e um teor de umidade menor do que 0,3%. A espessura da camada interna varia de 30 a 100 microns.

[0025] Em uma modalidade preferida da invenção, a camada interna também compreende um agente de acoplamento de polietileno enxertado com anidrido maléico tendo uma densidade variando entre 0,956 - 0,960 g/cm³, uma taxa de fluxo de massa que varia entre 2 - 3 g/10 minutos (a 190°C/21,6 kg), um ponto de fusão que varia entre 133 - 136°C, um teor de umidade menor do que 0,1%, e um nível de enxerto de anidrido maléico de aproximadamente 1,0% por peso. O agente de acoplamento é misturado com o homopolímero de poliamida na camada interna em uma concentração variando entre 0 a 4% do MAgPE, para ligar as camadas interna e externa, sem a necessidade de uma camada de adesão separada.

30 [0026] A presente invenção também fornece um processo para

produzir um recipiente de bicamadas para substâncias perigosas, compreendendo produzir material de camada externa e material de camada interna; material de camada externa de sucata de remoagem e interna; misturar o referido material de camada externa de sucata remoído e interna, com o referido material de camada externa; co-extrudar as camadas externa e interna para formar uma *parison* de bicamadas; moldar por sopro a referida *parison*; e desmoldar e aparar a referida *parison* moldada por sopro, de forma a produzir um recipiente negociável.

- 10 [0027] Preferivelmente, a sucata remoída é alimentada dentro de um misturador em uma relação de peso predeterminada de 15 a 40% em peso do material de camada externa.

- [0028] Em um aspecto, o material de camada externa é extrudado em uma temperatura de 220°C a 230°C e o material de camada interna é extrudado em uma temperatura de 230 a 240°C.

- 15 [0029] Em um aspecto, a *parison* é pré-soprada por gás inerte, tal como nitrogênio. O gás inerte é injetado no interior da *parison* em aproximadamente a temperatura ambiente e em uma pressão menor do que 100 kPa.

20 Breve Descrição dos Desenhoss

- [0030] Nos desenhos:
- [0031] - Figura 1 é um desenho esquemático mostrando um laminado que é formado de acordo com a presente invenção;
- [0032] - Figura 2 é uma vista de seção transversal de um dispositivo de co-extrusão adequado para produzir recipientes de bicamadas;
- 25 [0033] - Figura 3A comparativamente ilustra a taxa de perda de peso de Xileno a 52°C com 95% de volume de carga para os três tipos de recipientes testados como uma função do tempo.
- 30 [0034] - Figura 3B comparativamente ilustra a taxa de perda de

peso de Xileno a 52°C com 95% de volume de carga para os três tipos de recipientes testados como uma função do tempo, empregando-se escala vertical mais sensível.

Descrição Detalhada das Modalidades Preferidas

5 [0035] A presente invenção é um recipiente de bicamadas co-extrudado para substâncias perigosas, onde a camada externa é produzida de remoagem de ambas as camadas externa e interna, a HD-PE, a MAgPE e em alguns casos, o concentrado de cor MB, de modo que as camadas externa e interna sejam tornadas quimicamente com-
10 patíveis, e portanto uma camada adesiva seja desnecessária.

[0036] O Requerente surpreendentemente descobriu que um laminado de duas camadas é suficiente para prevenir a difusão externa de substâncias perigosas de um recipiente produzido do referido lamina-
do. Como mostrado na Figura 1, o laminado 1 compreende a camada
15 interna 5 e a camada externa 10. A espessura da camada interna varia de 30 a 100 microns, de modo que a camada externa tenha uma espessura que varia de 90% a 98% da espessura de parede total do recipiente.

[0037] A camada interna 5 é feita de um homopolímero de poliamida de grau PA-6 facilmente processável; por exemplo, Grilon BFZ 3
20 produzido por SEM-Chemie AG, Suíça (a seguir referido como PA), tendo uma densidade de aproximadamente 1,06 g/cm³, resistência ao impacto elevada, de modo que sua resistência ao impacto denteado seja de aproximadamente 65 *Charpy* a 23°C quando seco e seja de
25 aproximadamente 15 *Charpy* a -30°C quando seco, e uma baixa permeabilidade, quando medido em lâminas de 1 mm, de aproximadamente 0,42 g/m²-dia para dioxano, 0,038 g/m²-dia para N-Hexan, 0,13 g/m²-dia para tolueno, 0,41 g/m²-dia para dissulfeto de carbono, 2,8 g/m²-dia para clorofórmio, e 0,03 g/m²-dia para etiléter. PA tem uma
30 taxa de fluxo de volume de massa (MVR) de aproximadamente 35 ml/

10 minutos a 275°C/5 kg, um ponto de fusão de aproximadamente 222°C e um teor de umidade menor do que 0,3%.

[0038] Em uma modalidade preferida da invenção, a camada interna também compreende um agente de acoplamento de polietileno enxertado por anidrido maléico, por exemplo, Fusabond E MB-100D fabricado por Dupont (a seguir referido como MAgPE) que tem uma densidade variando entre 0,956 - 0,960 g/cm³, uma taxa de fluxo de massa (MFR) variando entre 2 - 3 g/10 minutos (a 190°C/2,16 Kg), um ponto de fusão que varia entre 133 - 136°C, um teor de umidade menor do que 0,1%, e um nível de enxerto de anidrido maléico de aproximadamente 1,0% em peso. PE é misturado com PA na camada interna em uma concentração que varia entre 96 - 100% de PA.

[0039] A camada externa 10 é feita de uma mistura de polietileno de alta densidade virgem (HDPE) e remoída de ambas as camadas interna e externa, e o MAgPE com concentração de 3 - 4% da camada externa, com o material de remoagem variando de 15 a 40%, e preferivelmente 30%, da camada externa. O concentrado de cor MB pode ser opcionalmente adicionado, também.

[0040] HDPE adequado para fornecer resistência mecânica e resistência ao fissuramento por tensão, por exemplo, Marlex 50100 fabricado por Chevron Phillips Chemical Company LP, Houston, Texas, USA e Hostalen GM 82,55 fabricado por Basell, Alemanha, tem um índice de fluxo de fusão (MFI) 4,5 - 10,0 g/10 minutos (a 190°C/21,6 Kg), uma densidade de aproximadamente 0,952 g/cm³, uma intensidade de produção de aproximadamente 28 MPa quando estirado a 50 mm/minuto, um alongamento maior do que 700% em rompimento, um módulo de flexão de aproximadamente 1200 MPa, uma dureza de aproximadamente 66 Shore D, uma resistência ao impacto denteado de aproximadamente 100 KJ/m², e uma resistência ao fissuramento por tensão ambiental (ESCR) maior do que 400 horas.

[0041] A camada externa pode também compreender até 2% de MB, por exemplo, MB L 1125 padrão branco MB produzido por Kafrit Industries Ltd., Kibbutz Kfar-Aza, Israel.

[0042] O material de sucata que permanece após a produção de
5 uma pluralidade de recipientes, é remoído em grãos de aproximadamente 8 mm de diâmetro, dependendo do tamanho de rede do moador. Um dispositivo de alimentação, por exemplo, CD 400 fabricado por Sysmetric Ltd., Afula, Israel, classifica os grãos em grupos que correspondem a cada material constituinte de um recipiente. Cada grupo
10 de grãos é alimentado para um misturador em uma relação de peso predeterminada, correspondendo à relação de peso exata de cada material constituinte no recipiente, incluindo o material remoído. "Remoer", é definido aqui como aquele material remoído misto. Os grãos mistos são introduzidos no extrusor, por exemplo, por meio de um depósito
15 alimentador em uma entrada do extrusor.

[0043] A Figura 2 ilustra um dispositivo de co-extrusão exemplar, que é geralmente designado pelo numeral 20, adequado para a presente invenção. Como observado, o dispositivo de co-extrusão 20 compreende o extrusor principal (não mostrado) pelo qual a camada
20 externa é produzida e o extrusor de satélite 40 pelo qual a camada externa é produzida, bem como o extrusor suplementar 35 para produzir faixas transparentes. As camadas interna e externa são co-extrudadas simultaneamente.

[0044] O elemento de aquecimento anular 45 é montado nas área
25 subjacente à superfície interna do conduíte através do qual o material flui. O elemento de aquecimento 45, que é regulado por um controlador (não mostrado), mantém o material formando a camada interna em uma temperatura de 230 a 240°C. Esta faixa de temperatura é adequada para a extrusão de PA. Visto que PA também é encontrado na
30 camada externa como remoído, a camada externa precisa ser aqueci-

da para uma tal temperatura elevada. Embora esta temperatura seja normalmente muito elevada para a produção de HD_PE e seja pensado a prejudicar as características de ligação deste, o Requerente surpreendentemente determinou que recipientes produzidos de acordo com o processo da presente invenção adaptam-se aos requisitos de Israeli Standard nº 2302, Código IMDG, ADR-RID e ICAO-TI, como testado por The Standards Institute of Israel com respeito a um teste de gota, teste de proteção de vazamento, teste de pressão interna, e teste de compressão por empilhamento.

- 5 [0045] A seguinte formação de uma *parison* de bicamada é pré-soprada, pelo qual o gás inerte comprimido, tal como Nitrogênio, por exemplo, de temperatura ambiente e de uma pressão menor do que 100 kPa, a fim de que aumenta a resistência das linhas soldadas. Então a última é moldada por sopro por ar comprimido tendo uma pressão de 10 barras. Como um resultado, a *parison* expande e assume o contorno de um molde de recipiente fechado, que é posicionado para envolver a *parison*. O recipiente é então desmoldado e aparado.

Exemplo 1

Testes de Difusão de Solvente Orgânico em recipientes de 10 litros

- 20 [0046] Recipientes de 10 litros foram carregados com Xileno, um solvente orgânico tendo um grau de pureza de 99,9%. Os testes de difusão foram conduzidos no Israel Plastics and Rubber Center (IPRC) de 7 de julho de 2003 a 4 de agosto de 2003, a fim de determinar a resistência dos recipientes à permeabilidade ao Xileno.

- 25 [0047] Os recipientes produzidos de acordo com a presente invenção foram feitos com uma camada interna de 100% de PA (Grilon BFZ 3) e uma camadas externa compreendida de uma mistura de 70% de HDPE (Hostalen GM 8255), 4% de MAgPE (Fusabon E MB100D) e 1% de MB branco (L 1125). A camada externa também compreendeu a
- 30

remoagem das camadas interna e externa, com uma mistura de 25% de material remoído.

[0048] Os seguintes quatro tipos de recipientes foram empregados:

5 [0049] T50 - recipiente de bicamadas de acordo com a presente invenção, que tem uma camada interna de 50 microns.

[0050] T100 - recipiente de bicamadas de acordo com a presente invenção que tem uma camada interna de 100 microns.

10 [0051] HDPE - recipiente de monocamada feito de HDPE puro tendo uma espessura de parede mínima de 1,2 mm e uma espessura média de 1,4 mm.

[0052] Ref. - recipiente comercialmente disponível de quatro camadas produzido por Aico Salconplast s.p.a, Itália, tendo as letras de PE/reg/tie/PA, com uma camada de espessura de 60 microns de PA.

15 [0053] Três repetições de cada tipo de receptor foram empregadas, e cada recipiente foi conseqüentemente referido com um sufixo representando o número de repetição. Por exemplo, T50-1 foi a primeira repetição de recipiente tipo T50.

20 [0054] Os recipientes foram colocados em uma sala de evaporação controlada pela temperatura durante uma duração de 28 dias. A temperatura ambiente foi estabilizada em uma temperatura de 52 a 53°C durante o período de teste. Cada recipiente, incluindo a cortiça e a película de selamento, foi pesado antes de ser carregado com Xileno, em um volume de carga de ou 95% ou 20%. Após ser carregado, 25 cada recipiente foi selado por uma cortiça e uma película de alumínio soldada entre a cortiça e o gargalo do recipiente. Os recipientes foram pesados a cada quatro dias com uma precisão de 0,01 g.

30 [0055] Os resultados de teste foram tabulados na Tabela 1. Cada coluna indica que a percentagem do volume de carga e as unidades do valor tabulado.

Tabela I

Tipo do Recipiente	Perda de Peso 95% [g]	Diferença de Peso 95% [%]	Perda de Peso 20% [g]	Diferença de Peso 20% [%]
T50-1	3	-0,035	1,95	-0,101
T50-2	4	-0,045	2,10	-0,108
T50-3	2	-0,024	2,30	-0,119
T100-1	2	-0,023	3,50	-0,185
T100-2	2	-0,023	2,20	0,146
T100-3	2	-0,024	-	-
HDPE-1	719	-8,224	414,90	-21,12
HDPE-2	723	-8,218	417,05	-21,08
HDPE-3	719	-7,905	412,95	-21,22
Ref-1	7	-0,080	5,05	-0,267
Ref-2	8	-0,090	4,70	-0,251
Ref-3	8	-0,091	4,30	-0,230

[0056] Como pode ser claramente observado da Tabela 1, os recipientes T50 de bicamadas perdem 0,035% do peso de carga a 95% de carga de volume e 0,109% a 20% de carga de volume. Os recipientes T100 de bicamadas perdem 0,023% do peso de carga a 95% da carga de volume e 0,166% a 20% da carga de volume. Ao contrário, os recipientes HDPE de monocamadas perdem 8,12% do peso de carga a 95% da carga de volume e 21,14% em 20% de carga de volume. Recipientes de Referência de Quatro camadas perdem 0,087% do peso de carga a 95% da carga de volume e 0,249% a 20% da carga de volume.

[0057] Portanto, os recipientes da presente invenção demonstraram melhor desempenho em termos de difusão de bloqueio de solventes orgânicos agressivos tais como Xileno do que recipientes de Referência de quatro camadas, por um fator na ordem de 2,5, e melhor de-

sempenho do que recipientes de HDPE puro, por um fator na ordem de 235.

Exemplo 2

Testes de Difusão de Solvente Orgânico em recipientes de 22 litros.

5 [0058] Recipientes de 22 litros foram carregados com um solvente orgânico de um tipo de Xileno, tendo um grau de pureza de 99,9%. Estes recipientes foram feitos com uma camada interna de 96% de PA (Grilon BFZ 3) e 4% de MAgPE (Fusabond BEM 100D). A camada externa consiste em uma mistura de 65% de HDPE (Hostalen GM 8255),
10 4% de MAgPE (Fusabond BEM 100D), 1% de MB branco (L-1433) e 25% de material remoído das camadas interna e externa. Cada peso do recipiente foi de 1,25 Kg. A parede da camada interna tem uma espessura mínima de 35 microns (média de 50 microns). A parede da camada externa tem uma espessura mínima de 1,5 mm (média de 2
15 mm).

[0059] Os recipientes foram colocados em uma sala de evaporação controlada pela temperatura durante 28 dias. A temperatura ambiente foi estabilizada em 52 - 53°C durante o período de teste. Todos os três tipos de recipientes que foram testados (com quatro repetições
20 de cada tipo) foram carregados até 95% de seu volume. Cada recipiente vazio (incluindo a cortiça e película de selamento) foi pesado antes do carregamento, e em seguida foi carregado com cada volume do líquido de carga. Após o carregamento, cada recipiente foi selado com uma película de alumínio soldada sobre sua borda de abertura com a
25 cortiça de fechamento sobre o topo. Os recipientes foram pesados a cada quatro dias (empregando-se um peso de precisão de 1/100 g). Durante o teste, os resultados foram concentrados na Tabela I (para os propósitos de análise de dados e controle após completar o período de teste). O período de teste foi total de 28 dias.

30 [0060] Os seguintes tipos de recipientes foram testados :

[0061] - B20 agro recipiente de bicamadas PE/PA de 22 litros com espessura de camada de barreira de 50 microns, fabricado pelo Requerente.

5 [0062] - BOXMORE agro recipiente de 22 litros, com face interna de HDPE fluoradas, fabricada por Boxmore International P.L.C., Newtownabbey, UK.

[0063] - HDPE ref. agro recipiente de HDPE puro de monocamada de 22 litros, fabricado pelo Requerente.

[0064] Os resultados de teste são tabulados na Tabela II.

10 **Tabela II**

Tipo de recipiente	Fator de perda de peso de xileno após 28 dias a 52°C com 95% de volume de carga [gramas]	Diferença de peso relativo de rede após 28 dias a 52°C com 95% de volume de carga [%]
B-20-1	1,1	-0,03
B-20-2	0,4	-0,01
B-20-3	1,4	-0,03
B-20-4	1,1	-0,03
BOXMOR-1	65,2	-1,57
BOXMOR-2	5,9	-0,15
BOXMOR-3	4,6	-0,12
BOXMOR-4	6,0	-0,15
HDPE Ref. -1	396,8	-9,888
HDPE Ref. -2	370,6	-9,37
HDPE Ref. -3	370,0	-9,26
HDPE Ref. -4	393,6	-9,84

[0065] Os resultados acima mostram o seguinte :

[0066] - após 28 dias a 52°C com 95% de volume de carga, os recipientes B-20 de bicamada perderam menos do que um valor médio de 0,03% de seu peso de carga;

15 [0067] - após 28 dias as 52°C com 95% de volume de carga, os

recipientes HDPE Ref. de monocamada perderam menos do que um valor médio de 9,6% de seu peso de carga durante o teste de evaporação acelerado.

5 [0068] - após 28 dias a 52°C com 95% de volume de carga, recipientes HDPE fluorados perderam um valor médio de 0,5% de seu peso de carga durante o teste de evaporação acelerado.

[0069] Portanto, os recipientes fabricados de acordo com o processo proposto pela presente invenção mostram significativa vantagem com respeito à difusão de bloqueio de solventes orgânicos agressivos,
10 tais como Xileno.

[0070] Os resultados experimentais de taxa de perda de peso de Xileno a 52°C com 95% de volume de carga são comparativamente ilustrados para os três tipos de recipientes testados como uma função de tempo nas Figuras 3A e 3B (empregando escala vertical 7 vezes
15 mais sensível).

[0071] Embora que algumas modalidades da invenção tenham sido descritas por meio de ilustração, será evidente que a invenção pode ser realizada na prática com muitas modificações, variações e adaptações, e com o uso de numerosas soluções equivalentes ou alternativas que incluem-se no escopo de pessoas versadas na técnica,
20 sem afastar-se do espírito da invenção ou excedendo o escopo das reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Recipiente de bicamadas para substâncias perigosas compreendendo camadas co-extrudadas moldadas por sopro para a forma do recipiente, em que uma das camadas compreende uma mistura de polietileno de alta densidade virgem (HDPE), um agente de acoplamento de polietileno enxertado por anidrido maléico (MAGPE) e material de remoagem,

caracterizado pelo fato de que o recipiente tem bicamadas de modo que suas camadas interna (5) e externa (10) sejam co-extrudadas,

em que a camada interna (5) consiste em um homopolímero de poliamida para resistir a difusão de solvente orgânico e ao MAGPE, e

em que a camada interna (10) compreende uma mistura de HDPE, de MAGPE e de material de remoagem das camadas interna e externa.

2. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** o material de remoagem varia de 15% a 40% em peso da camada externa (10).

3. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado pelo fato de que** o material de remoagem compreende 30% em peso da camada externa (10).

4. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** a camada externa (10) tem uma espessura que varia de 90% a 98% da espessura total da parede do recipiente.

5. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado pelo fato de que** o polietileno de alta densidade tem um índice de fluxo de fusão de 4,5 a 10,0 g/10 minutos (a 190°C/21,6 Kg), uma densidade de 0,946 a 0,955 g/cm³, uma intensidade de produção de 28 MPa quando estendido em 50 mm/minuto, um alonga-

mento maior do que 700% em rompimento, um módulo de flexão de 1200 MPa, uma dureza de 66 Shore D, uma resistência ao impacto denteado de 100 KJ/m², e uma resistência ao fissuramento por tensão ambiental maior do que 400 horas.

5 6. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado pelo fato de que** o MAgPE da camada externa (10) tem uma densidade que varia entre 0,956 a 0,960 g/cm³; uma taxa de fluxo de massa que varia entre 2 a 3 g/10 minutos (a 190°C/2,16 kg), um ponto de fusão que varia entre 133 a 136°C, um teor de umidade
10 menor do que 0,1% em peso, e um nível de enxerto de anidrido maléico de 1,0% em peso.

7. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado pelo fato de que** o agente de acoplamento é Fusa-bond E MB-100D.

15 8. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado pelo fato de que** o agente de acoplamento é misturado com o HDPE e o material de remoagem na camada externa (10) em uma concentração que varia entre 3 a 4% em peso.

9. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado pelo fato de que** a camada externa (10) ainda com-
20 preende até 2% em peso de concentração de cor Master Batch (MB).

10. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** o homopolímero de poliamida é náilon.

25 11. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 10, **caracterizado pelo fato de que** o náilon é Grilon BFZ 3.

12. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** o homopolímero de poliamida tem uma densidade de 1,06 g/cm³, uma resistência ao impacto denteado de 65 *Charpy* a 23°C quando seco e 15 *Charpy* a -30°C quando
30

seco, uma permeabilidade, quando medida em lâminas de 1 mm, de 0,42 g/m²-dia para dioxano, 0,038 g/m²-dia para N-Hexan, 0,13 g/m²-dia para tolueno, 0,41 g/m²-dia para dissulfeto de carbono, 2,8 g/m²-dia para clorofórmio, e 0,03 g/m²-dia para etiléter, uma taxa de fluxo de
5 volume de massa de 35 ml/10 minutos a 275°C/5 kg, um ponto de fusão de 222°C e um teor de umidade menor do que 0,3% em peso.

13. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** a espessura da camada interna (5) varia de 30 a 100 microns.

10 14. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato de que** o MAgPE da camada interna (5) tem uma densidade que varia entre 0,956 - 0,960 g/cm³, uma taxa de fluxo de massa variando entre 2 a 3 g/10 minutos a 190°C/2,16 Kg, um ponto de fusão que varia entre 133 a 136°C, um teor de umidade
15 menor do que 0,1% em peso, e um nível de enxerto de anidrido maléico de 1,0% em peso.

15. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado pelo fato de que** o agente de acoplamento é Fusabond E MB-100D.

20 16. Recipiente de bicamadas, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado pelo fato de que** o agente de acoplamento é misturado com o homopolímero de poliamida na camada interna (5) em uma concentração variando entre 0 a 4% em peso.

25 17. Processo para produzir um recipiente de bicamadas para substâncias perigosas conforme definido na reivindicação 1, cujo recipiente tem uma camada externa (10) feita de um material que compreende HDPE e uma camada interna (5) feita de um material que compreende uma poliamida, **caracterizado pelo fato de que** compreende as etapas de:

30 (a) proporcionar o material de camada externa e o material

de camada interna;

(b) remoer o material de camada interna e externa de sucata;

(c) misturar o material de camada interna e externa de sucata remoído com o material de camada externa de modo que o material remoído seja misturado a uma relação de 15 a 40% em peso do material de camada externa;

(d) co-extrudar as camadas externa e interna para formar uma *parison* de bicamadas;

(e) moldar por sopro a *parison*; e

(f) desmoldar e aparar a *parison* moldada por sopro de forma a produzir um recipiente negociável.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado pelo fato de que** os grãos da camada externa que consistem em HDPE, sucatas remoídas do material de camada interna/externa, MAgPE e MB são classificados em grupos que correspondem a cada material constituinte de um recipiente e cada grupo de grãos é alimentado para um misturador em uma relação de peso predeterminada que corresponde à relação em peso de cada material constituinte no recipiente, excluindo o material de remoagem.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado pelo fato de que** o material de camada externa é extrudado em uma temperatura de 220°C a 230°C e o material de camada interna é extrudado em uma temperatura de 230°C a 240°C.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizado pelo fato de que** a *parison* é pré-soprada por gás inerte.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado pelo fato de que** o gás inerte é nitrogênio.

22. Processo, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado pelo fato de que** o gás inerte é injetado no interior da *parison* na temperatura ambiente e a uma pressão menor do que 100 kPa.

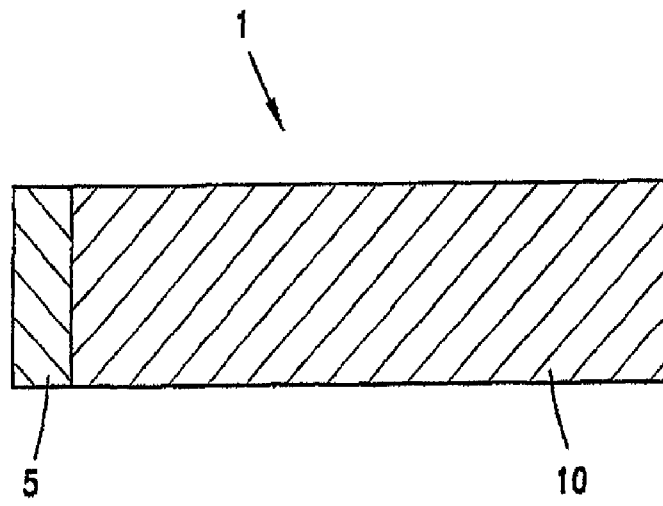


Fig. 1

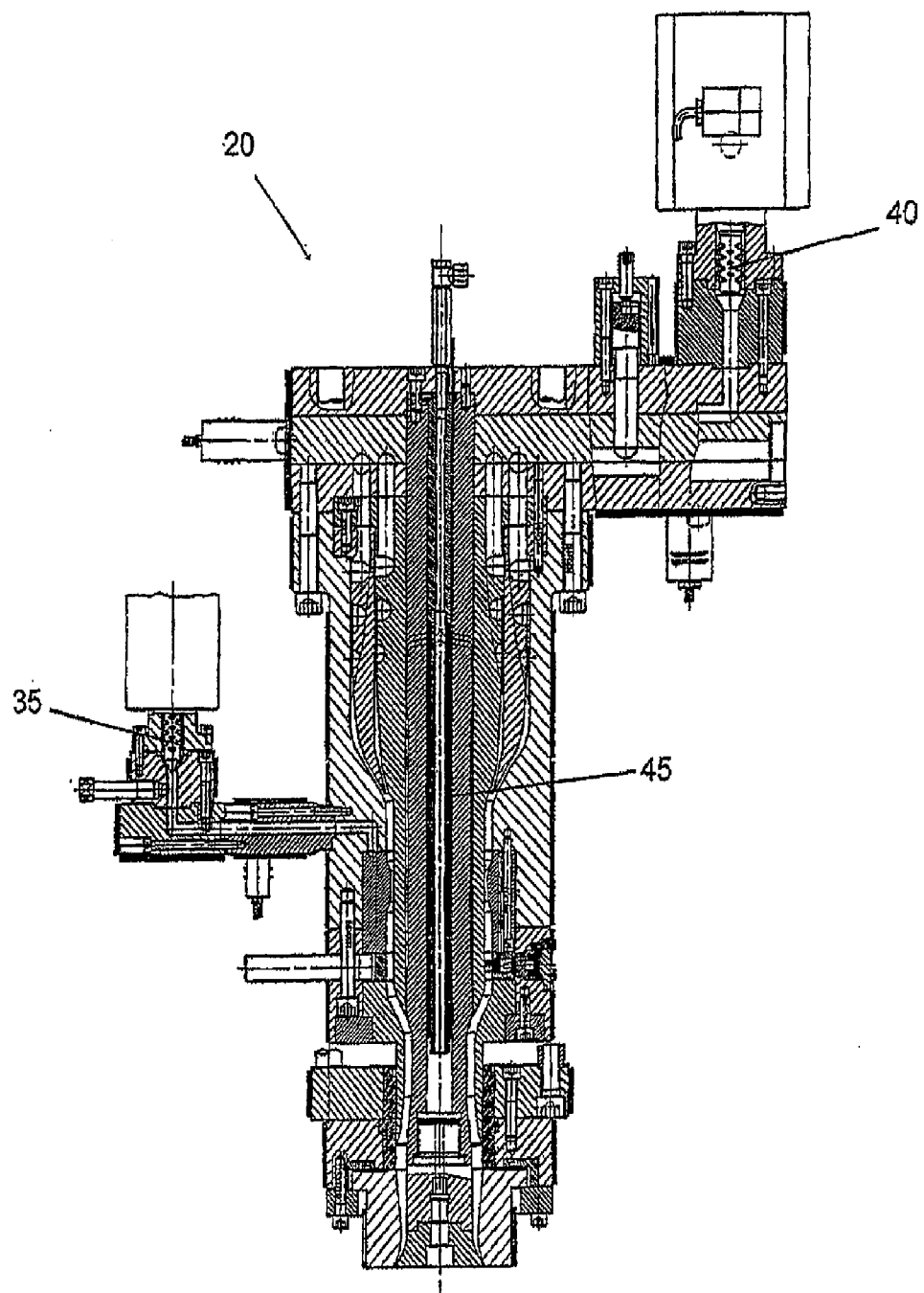


Fig. 2

Taxa de perda de peso de Xinelo a 52° C em recipientes B-2- COEX
de 22 litros (28 dias , 95% de carga de volume)

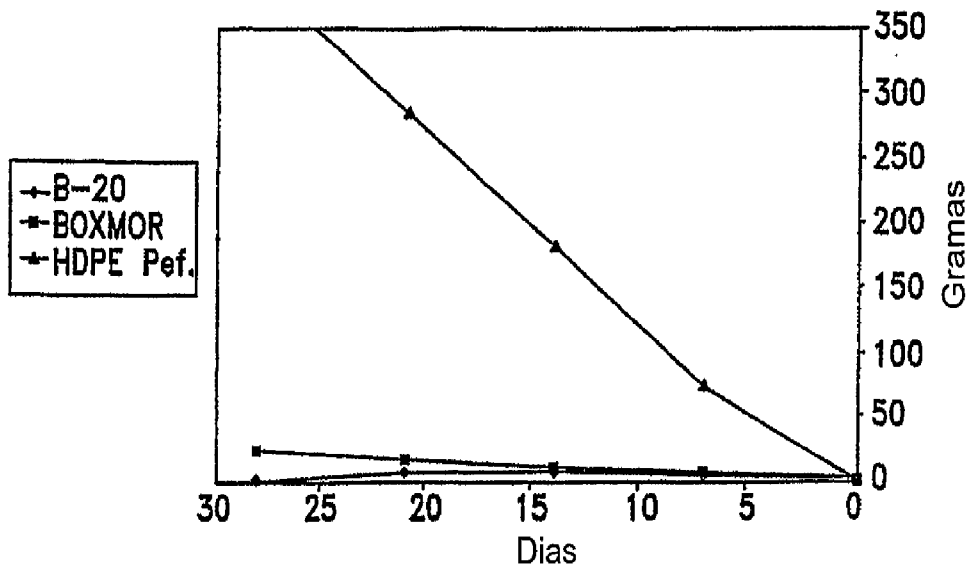


Fig. 3A

Taxa de perda de peso de Xinelo a 52° C em recipientes B-2- COEX
de 22 litros (28 dias , 95% de carga de volume)

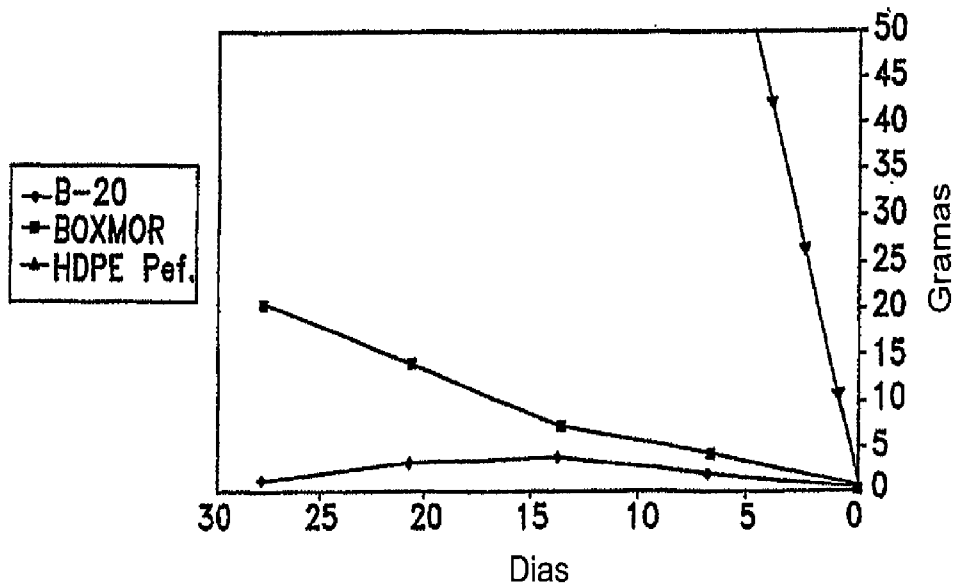


Fig. 3B

RESUMO

Patente de Invenção: **"RECIPIENTE DE BICAMADAS PARA SUBSTÂNCIAS PERIGOSAS E PROCESSO PARA PRODUZIR O MESMO".**

5 A presente invenção refere-se a um recipiente de bicamadas para substâncias perigosas, que consiste em camadas externa (10) e interna (5) co-extrudadas, onde a camada externa (10) compreende material de remoagem das camadas externa e interna. A camada externa (10) é produzida de uma mistura de polietileno de alta densidade virgem e material de remoagem de ambas as camadas interna
10 (5) e externa (10). O material de remoagem varia de 15 a 40% da camada externa e compreende aproximadamente 30% da camada externa (10). A espessura da camada externa (10) varia de 90% a 98% da espessura da parede total do recipiente.