



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

(21) PI 0919232-8 A2



(22) Data do Depósito: 16/09/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 27/10/2020

(54) Título: PROMOTORES DE ESPUMA DE CLORETO DE POLIVINILA

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

(30) Prioridade Unionista: 18/09/2008 US 61/097,961.

(71) Depositante(es): ARKEMA INC..

(72) Inventor(es): PAUL R. LAVALLEE.

(86) Pedido PCT: PCT US2009057096 de 16/09/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/033549 de 25/03/2010

(85) Data da Fase Nacional: 17/03/2011

(57) Resumo: PROMOTORES DE ESPUMA DE CLORETO DE POLIVINILA A densidade de artigos celulares rígidos fabricados pela decomposição térmica de um agente de sopragem em um polímero de cloreto de vinila é reduzida por meio da utilização de ativador(es). O agente de sopragem baseados em estanho. O ativador baseado em estanho também reduz a temperatura de ativação de um agente químico de sopragem, permitindo liberação melhor de gás durante o processamento de plásticos. Óxido de dibutil estanho ou maleatos de estanho são ativadores superiores de agentes de sopragem de polímero de cloreto de vinila.

DESCRIÇÃO**"PROMOTORES DE ESPUMA DE CLORETO DE POLIVINILA"**

DOMÍNIO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se à preparação de polímeros celulares de cloreto de vinila. Mais em particular, refere-se a certos compostos de estanho que são ativadores superiores para agentes de sopragem empregados na preparação de polímeros celulares de cloreto de vinila.

CONTEXTO DA INVENÇÃO

Uma utilidade importante das resinas de cloreto de vinila é na preparação de artigos celulares rígidos. Os artigos são fabricados por meio de métodos conhecidos, como extrusão de uma combinação da resina e aditivos com um agente químico de sopragem adequado e escolha da temperatura de processamento, de modo que seja maior do que a temperatura de decomposição do agente de sopragem. As bolhas de gás liberadas pelo agente de sopragem ficam encerradas na resina fundida, desse modo formando uma estrutura celular que pode ser empregada em artigos comercialmente úteis, como tubo, moldagem decorativa, placa de remate e tapume estrutural. Habitualmente, o polímero é fundido a uma temperatura entre 150° e 200°C, sendo necessário incluir na formulação um estabilizador com a finalidade de eliminar ou pelo menos minimizar a descoloração induzida pelo calor do polímero de cloreto de vinila, que, de outro modo, ocorreria a estas temperaturas. Além disso, quando a temperatura de decomposição do agente de sopragem é muito mais alta do que a temperatura de processamento, são empregados ativadores para acelerar a decomposição do agente de sopragem e/ou diminuir a

temperatura de decomposição do agente de sopragem. A combinação de um agente de sopragem e um ativador aumenta o grau e a velocidade de decomposição do agente de sopragem e, potencialmente, a janela de processamento da decomposição. O maior volume de gás gerado resultante é desejável, pois reduz a quantidade requerida de agente de sopragem ou pode originar espuma de menor densidade a níveis similares de agente de sopragem usados.

É conhecido que uma variedade de compostos organo-estanho, em particular derivados de dibutilestanho de ésteres de ácidos mercaptocarboxílicos, irá conferir níveis úteis de estabilidade térmica a polímeros de cloreto de vinila. Também é conhecido que cloretos de organo-estanho funcionam bem, por si próprios ou em combinação com carboxilatos de organo-estanho, como ativadores para agentes típicos de sopragem, como azodicarbonamidas, 5-fenil tetrazol e benzeno sulfonil hidrazida.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se à utilização de certos compostos de estanho como ativadores para agentes de sopragem empregados na preparação de polímeros celulares de cloreto de vinila. Os ativadores da presente invenção diminuem efetivamente a temperatura de decomposição do agente de sopragem e aumentam a velocidade da decomposição do agente de sopragem, desse modo aumentando o efeito do agente de sopragem, que pode ser evidenciado por espessura acrescida da espuma e gravidade específica decrescida da espuma. Os ativadores de compostos de estanho da presente invenção também podem substituir, aumentar ou reduzir a necessidade de aditivos habitualmente usados, como ZnO e

oxibis benzeno sulfonil hidrazida (OBSH). ZnO e OBSH, que muitas vezes são adicionados para diminuir a temperatura de ativação de agentes de sopragem exotérmicos. Os compostos de estanho da presente invenção também podem servir de estabilizador de modo concertado ou em vez de outros estabilizadores na composição de polímero celular de cloreto de vinila. Quando os compostos de estanho servem uma finalidade "dual" de ativador e estabilizador, será tipicamente usada uma concentração mais alta. Todas as percentagens apresentadas aqui são por peso, a menos que especificado em contrário.

Os polímeros de cloreto de vinila são feitos de monômeros que consistem em cloreto de vinila isoladamente ou uma mistura de monômeros compreendendo, de preferência, pelo menos cerca de 70% por peso com base no peso total de monômeros de cloreto de vinila. São exemplificados por copolímeros de cloreto de vinila com desde cerca de 1 até cerca de 30% de um material etilenicamente insaturado copolimerizável, como acetato de vinila, butirato de vinila, benzoato de vinila, cloreto de vinilideno, fumarato de dietila, maleato de dietila, outros fumaratos e maleatos de alquila, propionato de vinila, acrilato de metila, acrilato de 2-etil-hexila, acrilato de butila e outros acrilatos de alquila, metacrilato de metila, metacrilato de etila, metacrilato de butila e outros metacrilatos de alquila, alfa-cloroacrilato de metila, estireno, tricloroetileno, éteres de vinila, como éter de vinil etila, éter de vinil cloroetila e éter de vinil fenila, vinil cetonas, como vinil metil cetona e vinil fenil cetona, 1-fluoro-2-cloroetileno, acrilonitrila,

cloroacrilonitrila, diacetato de alilideno e diacetato de cloroalilideno. Copolímeros típicos incluem cloreto de vinila-acetato de vinila (96:4 vendido comercialmente como VYNW), cloreto de vinila-acetato de vinila (87:13), cloreto de vinila-acetato de vinila-anidrido maléico (86:13:1), cloreto de vinila-cloreto de vinilideno (95:5); cloreto de vinila-fumarato de dietila (95:5) e cloreto de vinila acrilato de 2-etil-hexila (80:20).

Os polímeros de cloreto de vinila constituem a porção maioritária das composições desta invenção. Assim, perfazem desde cerca de 70% até cerca de 95% por peso do peso total das composições sem espuma desta invenção.

O agente de sopragem pode ser qualquer um ou uma mistura dos habitualmente usados para a formação de espuma de PVC, incluindo azobisformamida (também habitualmente chamado de azodicarbonamida), 5-fenil tetrazol, benzeno sulfonil hidrazida, ácido cítrico, bicarbonato de sódio e misturas desses. A concentração do agente de sopragem é tipicamente desde cerca de 0,1 até cerca de 5,0% por peso da composição total antes da formação de espuma.

O ativador do agente de sopragem da presente invenção compreende um composto de estanho, incluindo mas não se limitando a óxido de dibutil estanho e maleatos de estanho. O ativador ajuda o agente de sopragem contendo nitrogênio, contendo dióxido de carbono e com outro tipo de decomposição a decompor-se de modo mais rápido e a gerar mais gases. O ativador diminui a temperatura de decomposição do agente de sopragem e provê uma decomposição mais completa do agente de sopragem. O efeito do ativador do agente de sopragem é independente do fato de ser

adicionado ao polímero de cloreto de vinila na forma de uma solução aquosa, como parte de um pacote de estabilizadores, como parte de um pacote de lubrificantes ou como parte de um pacote de aditivos. Uma variedade de técnicas convencionais de moldagem e extrusão pode ser usada para formar os polímeros celulares rígidos de cloreto de vinila desta invenção em um tubo ou qualquer perfil desejado ou uma folha.

Exemplos de ativadores adequados incluem sais de estanho de ácidos monocarboxílicos e estabilizadores organo-estanho. Exemplos desses estabilizadores organo-estanho incluem, sem limitação: dilaurato de dibutilestanho, maleato de dibutilestanho, maleato de di(n-octil) estanho, bis(lauril mercáptido) de dibutilestanho, dibutilestanho, S,S-bis(tioglicoato de isooctila), β -mercaptopropionato de dibutilestanho, S,S-bis(tioglicolato de isooctila) de di-n-octilestanho, óxido de dibutilin estanho, dilaurato de dibutil estanho, β -mercaptopropionato de di-n-octilestanho, o produto reacional de anidrido maléico, álcool estearílico, água e óxido de dibutil estanho e misturas desses. O ativador pode ser incluído em qualquer quantidade útil para causar a ativação. Em geral, quando serve somente de ativador, desde cerca de 0,001 até 5% por peso de ativador pode ser incluído na composição do agente químico de sopragem compreendendo o agente químico de sopragem e o ativador do agente de sopragem. No entanto, quando serve de combinação de estabilizador e ativador de estanho, o ativador pode ser usado em concentrações desde cerca de 0,01% por peso até 10% por peso da composição do agente de sopragem. A

composição do agente de sopragem pode ser usada em concentrações desde cerca de 0,1% por peso até 10% por peso da composição total de PVC. Em alternativa, o ativador/estabilizador pode ser combinado diretamente com a resina de PVC em concentrações desde cerca de 0,1 - 10,0 partes por 100 partes (phr) de resina de PVC, tipicamente no intervalo de 2-3 phr. A dimensão das partículas do ativador pode variar desde cerca de 5 microns até cerca de 500 microns, sendo preferido um intervalo da dimensão das partículas desde cerca de 10 até 100.

Um material exemplificativo de maleato de estanho pode ser preparado via a reação de álcool estearílico e um excesso estequiométrico de anidrido maléico. Em seguida, o produto reacional reage com um excesso estequiométrico de óxido de dibutil estanho, para prover um produto reacional contendo, em parte, materiais de maleato de estanho, que pode ser usado sem processamento adicional.

Composições de espuma de polímero de cloreto de vinila incluem tipicamente um estabilizador, nas composições sem espuma, desde cerca de 0,1 até cerca de 10% por peso. Podem ser incorporados nas composições por mistura em um moinho ou misturador apropriado ou por meio de qualquer um dos outros métodos bem conhecidos que provêm a distribuição uniforme dos estabilizadores em toda a composição.

Para além das composições de agente de sopragem e ativador, as composições de polímero de cloreto de vinila da presente invenção podem conter aditivos com a finalidade de aumentar a resistência à oxidação, retardamento de chamas e resistência ao impacto do polímero. Também podem estar presentes pigmentos, agentes de enchimento, corantes,

agentes de absorção de luz ultravioleta e afins. Também podem estar presentes auxiliares convencionais do processamento, como lubrificantes e resinas acrílicas.

Resinas acrílicas são empregadas em composições de espuma de polímero de cloreto de vinila como auxiliares de processamento para melhorar a elasticidade e resistência do fundido e para prevenir o colapso da estrutura celular durante o processamento. A quantidade da resina acrílica pode variar desde cerca de 2 até cerca de 18 partes por cem partes do polímero de cloreto de vinila. O peso molecular da resina acrílica pode situar-se no intervalo desde 300 000 até 7 500 000, mas são preferidas as de maiores pesos moleculares, sendo particularmente preferidas resinas com um peso molecular de 3 000 000 e maior.

Antioxidantes podem ser usados nas composições de espuma de polímero de cloreto de vinila da presente invenção. Antioxidantes típicos incluem fenóis, em particular aqueles em que as posições adjacentes ao átomo de carbono contendo o radical hidroxila contêm radicais alquila como substituintes. São preferidos fenóis nos quais este radical alquila é estericamente volumoso, por exemplo, um radical de butila terciária.

Uma pequena quantidade, habitualmente não mais de 0,3%, de um agente de liberação metálica, como um polietileno oxidado, também pode ser incluída nas composições de espuma de polímero de cloreto de vinila da presente invenção.

Um auxiliar de processamento de alto peso molecular pode ser incluído na composição apta a formar espuma. Auxiliares de processamento de alto peso molecular são

usados para prover elasticidade do fundido ou resistência do fundido ao polímero fundido formado na extrusora e alta integridade das paredes das células de espuma durante a extrusão. Auxiliares de processamento de alto peso molecular podem ser auxiliares de processamento acrílicos ou copolímeros de estireno e acrilonitrila. Auxiliares de processamento adequados de alto peso molecular incluem aqueles auxiliares de processamento de alto peso molecular conhecidos na área. Auxiliares de processamento acrílicos que podem ser usados na presente invenção incluem homo ou copolímeros termoplásticos de metacrilato de polimetila com pesos moleculares médios em peso maiores do que 1 000 000; copolímeros duros e vítreos de estireno e acrilonitrila com uma temperatura de transição vítrea maior do que 60°C e uma viscosidade em solução diluída maior do que 1,5, mensurada em metiletil cetona a uma concentração de 4%. Copolímeros de estireno e uma nitrila insaturada contendo mais de 50% do referido estireno e 10 até 40% da referida nitrila são exemplos dos auxiliares de processamento de estireno e acrilonitrila. De preferência, 10 partes do copolímero de estireno e acrilonitrila são adicionadas à composição por 100 partes de polímero de PVC. Exemplos de auxiliares de processamento acrílicos adequados incluem poli(metacrilato de metila). Em geral, desde cerca de 2 até cerca de 20 partes do auxiliar de processamento acrílico são adicionadas por 100 partes de PVC.

De preferência, a composição apta a formar espuma inclui lubrificantes ou misturas de lubrificantes, como é conhecido dos profissionais. Lubrificantes adequados incluem, por exemplo, vários hidrocarbonetos, como

parafina; óleos parafínicos; polietileno de baixo peso molecular; polietileno oxidado; ceras de amida, sais metálicos de ácidos graxos; ésteres de ácidos graxos, como estearato de butila; álcoois graxos, como álcool cetílico, estearílico ou octadecílico; sabões metálicos, como sais de cálcio ou zinco do ácido oléico; amidas graxas de ácidos orgânicos; ésteres de polióis, como monoestearato de glicerol, diestearato de hexaglicerol, e misturas desses. Exemplos de possíveis ácidos graxos a serem usados incluem mas não estão limitados a ácido esteárico e estearato de cálcio. Exemplos de amidas graxas de ácidos orgânicos incluem estearamida e etileno-bis-estearamida. Uma vez que vários lubrificantes podem ser combinados em variações incontáveis, a quantidade total de lubrificante pode variar de aplicação para aplicação. A otimização da composição lubrificante particular não pertence ao âmbito da presente invenção e pode ser determinada com facilidade pelo profissional. Em geral, desde cerca de uma até cerca de dez partes de lubrificante são adicionadas à composição apta a formar espuma por cem partes de polímero de PVC.

A composição apta a formar espuma inclui, de preferência, um agente de liberação metálica. Um exemplo de um agente de liberação metálica é um terpolímero de metacrilato de metila, estireno e acrilato de butila. De preferência, 2,0 partes deste terpolímero por 100 partes de polímero de PVC são adicionadas ao lubrificante.

Adicionalmente, ingredientes intensificadores úteis para intensificar o processamento de PVC ou do produto de espuma de PVC podem ser incluídos na composição apta a formar espuma. Estes incluem, por exemplo, mas não estão

limitados a pigmentos, como dióxido de titânio, negro de carbono e óxido de ferro, agentes de enchimento, como carbonato de cálcio, sílica, talco e afins, agentes de reforço, como fibras de vidro e fibras de grafite ou esferas de vidro, outros auxiliares do processamento, modificadores do comportamento ao impacto e polímeros de formação de ligas e afins, antioxidantes, agentes antiestáticos. Estes ingredientes intensificadores podem ser adicionados em uma quantidade eficaz para a finalidade pretendida. A quantidade e utilização pertencem ao âmbito do profissional e não fazem parte desta invenção.

EXEMPLO 1

Formulações de Espuma de PVC foram combinadas usando um misturador de alta intensidade, depois foram esfriadas e deixadas equilibrar totalmente à temperatura ambiente. Em seguida, as formulações foram processadas em uma extrusora de dupla rosca cônica Cincinnati Milacron com uma razão 22/1 entre comprimento e diâmetro e empregando uma fieira encamisada de 8" de largo. O agente químico de sopragem em grânulos foi adicionado à alimentação da extrusora através de um alimentador gravimétrico calibrado. Desde a fieira, o fundido de PVC foi deixado expandir/formar espuma livremente, habitualmente chamado de processo de extrusão de "Espuma Livre". A Folha de Espuma passou por três rolos esfriados, para dotar a espuma de uma superfície do tipo pele. Daí, a espuma foi esfriada ao ar enquanto passava por mesas de rolos. Por fim, a espuma alcançou um extrator, operado a uma velocidade estática, seguido de uma mesa de corte. A espuma foi extrudada usando as condições apresentadas na Tabela 1.

TABELA 1

Zona do Cilindro (°F)	1	355
	2	355
	3	375
	4	375
Zonas Adaptadoras (°F)	1	362
	2	362
Zona da Fieira (°F)	3-bordas	360
	4-lado	360
	5-centro	345
	6-lado	360
Óleo da Rosca (°F)		355
Camisa da Fieira (°F)		350
Rosca RPM		25
Folga da fieira (polegadas)		0,260
Temperatura dos Rolos de Empilhamento (°F)		95
Velocidade da Linha (pé/ min.)		1,5

As formulações testadas estão listadas na Tabela 2. Em cada grupo as formulações são similares, excetuando o ativador e estabilizador. A realização dos testes mostrou que concentrações de estabilizador de estanho no intervalo testado aqui não afetam estatisticamente os parâmetros chave mensurados aqui, nomeadamente a gravidade específica

e espessura da folha de espuma. Os resultados da extrusão mostram que o estabilizador/ativador de maleato de estanho e o ativador de óxido de estanho têm um efeito benéfico na gravidade específica e espessura da folha.

TABELA 2

Formulação	Ronda #	Grupo 1			Grupo 2		Grupo 3		Grupo 4		
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	
PVC	Resina K=57	Início	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
		*	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Lubrificantes	Estearato de Cálcio	66 C*	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70	1,30	1,30
	Cera 165 MP	66 C	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	Polietileno Oxidado	66 C	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Estabilizador/ Ativador	Estabilizador de Metil Estanho	Início	3,00	-	-	-	3,00	-	-	-	2,00
	Estabilizador de Butil Estanho	Início	-	2,14	-	2,14	-	2,14	-	3,20	-
	Estabilizador/Ativador de Maleato de Estanho	Início	-	-	3,00	-	-	-	3,00	-	-

	Ativador de	98 C	-	0,50	-	-	0,50	-	-	-	0,50
	Óxido de										
	Estanho										
	Auxiliar de	72 C	10,00	10,00	10,00	7,00	7,00	7,00	10,00	7,00	7,00
	Processa-										
	mento										
	Acrílico de										
Acrílico	Alto PM										
	Auxiliar de	72 C	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
	Processa-										
	mento										
	Acrílico de										
	Baixo PM										
	Dimensão	88 C	5,00	5,00	5,00	-	-	5,00	5,00	-	-
	nominal das										
	partículas										
CaCO ₃	0,7 µm										
	Dimensão	88 C	-	-	-	5,00	5,00	-	-	5,00	5,00
	nominal das										
	partículas										
	0,07 µm										
	Dióxido de Titânio	98 C	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
	CBA em Grânulos (phr	Em	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,65	0,65	0,65	0,65
	nominal)	linha									
Resulta-	Gravidade		0,734	0,661	0,610	0,705	0,707	0,783	0,679	0,799	0,751
dos	Específica em água										
	(ASTMD792)										
	Espessura	Polega-	0,724	0,762	0,791	0,691	0,708	0,687	0,781	0,646	0,663
	da Folha	das									

*Temperatura de Adição ao misturador de alta intensidade

EXEMPLO 2

O efeito de ativadores de estanho foi testado via teste do rendimento gasoso. O teste do rendimento gasoso é um teste comum na indústria dos agentes químicos de sopragem (CBA). É usado para mensurar a quantidade de gás liberada por produtos CBA e a temperatura à qual o gás começa a ser liberado, habitualmente chamada de temperatura de ativação. Em este teste, diferentes cargas de ativadores de estanho foram misturadas com um agente químico de sopragem exotérmico puro, azodicarbonamida (CAS#123-77-3). A amostra bem misturada foi colocada em um frasco de amostragem em um analisador do rendimento gasoso. Este equipamento aqueceu o frasco a uma velocidade constante, monitorando continuamente a temperatura da amostra e liberação de gás da amostra.

Como mostrado abaixo na TABELA 3, quando comparados com o controle, o maleato de estanho e óxido de estanho têm um efeito claro na redução da temperatura de ativação do CBA.

TABELA 3

	Composição			Temp. Ativação	
	% Maleato de Estanho	% Óxido de Estanho	% Azo. Puro		
<i>Dimensão Nominal das Partículas</i>	<i>100 microns</i>	<i>100-200 microns</i>		<i>graus C</i>	<i>Delta versus Controle</i>
Controle	0%		100	204	N/A

	0,5%		99,5%	187	(17)
	1,0%		99,0%	182	(22)
	5,0%		95,0%	183	(21)
	10,0%		90,0%	183	(21)
		0,5%	99,5%	170	(34)
		1,0%	99,0%	165	(39)
		5,0%	95,0%	165	(39)
		10,0%	90,0%	165	(39)
	5,0%	5,0%	90,0%	177	(27)

Este fenômeno também foi observado quando foi testado um óxido de estanho com menor dimensão das partículas. Como mostrado na TABELA 4, o óxido de estanho atua como ativador CBA efetivo em uma variedade de dimensões das partículas.

TABELA 4

<i>Dimensão Nominal das Partículas</i>	Composição		Temp. Ativação	
	% Estanho B - PSD Fina	% Azo Puro		
	<i>D₅₀ = 12 µm</i>		<i>graus</i>	<i>Delta versus Padrão</i>
Controle	0,00%	100,00%	203	N/A
	0,05%	99,95%	185	(18)
	0,25%	99,75%	180	(23)
	0,50%	99,50%	174	(29)
	0,75%	99,25%	168	(35)
	1,00%	99,00%	166	(37)

EXEMPLO 3

Óxido de estanho foi usado em um compósito de agente químico de sopragem (CBA) que incluiu um ativador/agente de sopragem alternativo, oxibis benzeno sulfonil hidrazida (OBSH, CAS#80-51-3). A utilização do ativador de estanho da presente invenção pode permitir a utilização de uma menor concentração do ativador/agente de sopragem alternativo, que é exotérmico por natureza. Este compósito de CBA também continha outros compostos estabilizadores baseados em estanho, e um mercáptido de metil estanho, conhecido no mercado como THERMOLITE® 161, disponibilizado pela Arkema Inc. O CBA contendo óxido de estanho de acordo com a presente invenção foi avaliado em um estudo de extrusão de espuma de PVC. Em este estudo, foi comparado com um agente de sopragem disponível no mercado que continha OBSH e azodicarbonamida, para determinar seu efeito na densidade da espuma e desenvolvimento de cor.

Uma questão comum na Indústria de Espumas de PVC é o amarelecimento do núcleo do artigo de espuma. Isto pode dever-se a uma variedade de motivos, incluindo auto-aquecimento da espuma fundida, aquecimento da decomposição exotérmica de um agente de sopragem ou a decomposição exotérmica de um ativador, e produtos secundários da decomposição do agente de sopragem. Se a decomposição do agente de sopragem for ativada a uma temperatura menor, um resultado potencial pode ser um decréscimo do aquecimento exotérmico do fundido de PVC e um potencial para melhorar a brancura do artigo de PVC. Além disso, se o ativador baseado em estanho permitir uma redução do ativador/agente

de sopragem exotérmico, um resultado potencial será um decréscimo do aquecimento exotérmico do fundido de PVC e um decréscimo de produtos secundários da decomposição do ativador/agente de sopragem, que pode ter potencial para melhorar a brancura do artigo de PVC.

A TABELA 5 descreve a formulação de Espuma de PVC que foi usada. A formulação foi processada em uma extrusora de dupla rosca cônica Cincinnati Milacron, como descrito acima no EXEMPLO 1. Foram testados vários CBA's em grânulos. Foram adicionados à alimentação da extrusora via um alimentador volumétrico calibrado. Os CBA's em grânulos foram adicionados para assegurar um rendimento gasoso de CBA constante na Espuma de PVC. A espuma foi extrudada usando as condições apresentadas na TABELA 6.

TABELA 5

<u>Componente</u>	<u>phr</u>
Resina RPVC (K57)	100,0
Estabilizador Térmico de Metilestanho	2,0
Estearato de Cálcio	0,7
Cera 165 MP	1,0
Polietileno Oxidado	0,2
Auxiliar de Processamento de Alto PM	8,0
Auxiliar de Processamento de Baixo PM	2,0
CaCO ₃ - Ultrafino, Tratado	5,0
Dióxido de Titânio	4,0

TABELA 6

Temp. das Zonas de Cilindros (°F)	1	355
	2	355
	3	375
	4	375
Temp. das Zonas Adaptadoras (°F)	1	362
	2	362
Temp. das Zonas da Fieira (°F)	3-bordas	360
	4-lado	355
	5-centro	359
	6-lado	355
Óleo da Rosca (°F)		355
Óleo da Camisa da Fieira (°F)		348
Rosca RPM		25
% Enchimento da Rosca		75%
Folga da fieira (polegada)		0,260
Temperatura dos Rolos de Empilhamento (°F)		97
Velocidade da Linha (pé/mini)		1,5
Vácuo (polegadas Hg)		28

O processamento de Espuma de PVC do CBA contendo óxido de estanho foi similar ao dos outros CBA's. Adicionalmente, os valores da densidade da espuma para espuma produzida com o CBA contendo óxido de estanho foram similares à espuma produzida com outros CBA's. Para simular o esfriamento lento de uma amostra espessa de Espuma de PVC, várias amostras de cada lote de espuma de PVC foram colocadas em um forno laboratorial mantido a uma temperatura constante de 190°C, que aproxima a temperatura de processamento da espuma de PVC. Em seguida, a cada 15 minutos, uma amostra de cada lote de espuma de PVC foi coletada. O CBA contendo óxido de estanho exibiu um desempenho claramente melhor na redução do desenvolvimento de cor, como evidenciado nas leituras de cor das amostras, como mostrado na TABELA 7. Na

TABELA 7, a brancura é maior (valor L de Hunter mais alto), o amarelecimento precoce é menor (valor B de Hunter menor) e a alteração global da cor é menor (Delta E menor) com a composição de óxido de estanho de acordo com a presente invenção versus a composição de controle.

TABELA 7

	<u>Controle</u>	<u>CBA de Óxido de Estanho</u>	<u>Repetição do Controle</u>
--	-----------------	--------------------------------	------------------------------

Valor L de Hunter

Início	89,16	89,97	89,63
15 min	89,73	89,52	90,00
30 min	88,83	89,98	88,39
45 min	86,83	89,31	76,57
60 min	71,53	87,09	63,33
75 min	61,28	76,73	54,01
90 min	55,68	72,57	51,58

Valor B de Hunter

Início	4,90	4,23	3,74
15 min	6,56	5,01	5,85
30 min	9,50	8,11	8,53
45 min	13,80	10,26	13,37
60 min	13,68	13,83	13,41
75 min	13,24	17,75	12,94
90 min	12,74	17,33	12,15

Alteração Total da Cor - Delta E

Início	0,00	0,00	0,00
15 min	1,84	0,95	2,15
30 min	4,61	3,96	5,09
45 min	9,34	6,23	16,50

60 min	19,73	10,13	28,06
75 min	29,13	18,95	37,04
90 min	34,75	21,88	39,40

Não obstante a presente invenção ter sido descrita relativamente a suas formas de realização particulares, é claro que numerosas formas diferentes e modificações desta invenção serão óbvias para os profissionais. Deve ser geralmente considerado que as reivindicações adjuntas e esta invenção abrangem todas essas formas e modificações óbvias que pertencem ao verdadeiro espírito e âmbito da presente invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição para a preparação de polímeros celulares rígidos de cloreto de vinila, **caracterizada pelo fato de** a referida composição compreender:
 - a. pelo menos um homopolímero de cloreto de vinila ou copolímero compreendendo unidades polimerizadas de cloreto de vinila e pelo menos um monômero etilenicamente insaturado, ou suas misturas, e
 - b. uma composição de agente de sopragem compreendendo
 - i. pelo menos um agente de sopragem, e
 - ii. pelo menos um ativador do agente de sopragem compreendendo um composto de estanho selecionado do grupo que consiste em óxido de dibutil estanho, maleatos de estanho e suas misturas.
2. Composição de acordo com a **reivindicação 1, caracterizada pelo fato de** o referido homopolímero de cloreto de vinila ou copolímero de cloreto de vinila ou suas misturas compreenderem desde cerca de 70% até cerca de 95% por peso da referida composição.
3. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** o referido agente de sopragem ser selecionado do grupo que consiste em azobisformamida, 5-fenil tetrazol, benzeno sulfonil hidrazida, ácido cítrico, bicarbonato de sódio e misturas desses.
4. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** o referido agente de sopragem compreender desde cerca de 0,1% até cerca de 10,0% por peso da composição.
5. Composição de acordo com a reivindicação 1,

caracterizada pelo fato de o referido ativador do agente de sopragem ser selecionado do grupo que consiste em dilaurato de dibutilestanho, maleato de dibutilestanho, maleato de di(n-octil) estanho, bis(lauril mercáptido) de dibutilestanho, dibutilestanho, S,S-bis(tioglicolato de isooctila), β -mercaptopropionato de dibutilestanho, S,S-bis(tioglicolato de isooctila) de di-n-octilestanho, óxido de dibutilin estanho, dilaurato de dibutil estanho, β -mercapto-propionato de di-n-octilestanho, e o produto reacional de anidrido maléico, álcool estearílico, água, óxido de dibutil estanho, e misturas desses.

6. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** o referido ativador do agente de sopragem compreender desde cerca de 0,01% por peso até cerca de 10% por peso da referida composição do agente de sopragem.
7. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** a dimensão das partículas do referido ativador do agente de sopragem variar desde cerca de 5 microns até cerca de 500 microns.
8. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** a dimensão das partículas do referido ativador do agente de sopragem variar desde cerca de 10 microns até cerca de 100 microns.
9. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** também compreender desde cerca de 2 partes até cerca de 18 partes de resina acrílica por cem partes do homopolímero de cloreto de

vinila ou copolímero de cloreto de vinila ou misturas desses.

10. Composição de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** o referido ativador do agente de sopragem compreender desde cerca de 0,1 partes até cerca de 10 partes por 100 partes do homopolímero de cloreto de vinila ou copolímero de cloreto de vinila ou misturas desses.

RESUMO**"PROMOTORES DE ESPUMA DE CLORETO DE POLIVINILA"**

A densidade de artigos celulares rígidos fabricados pela decomposição térmica de um agente de sopragem em um polímero de cloreto de vinila é reduzida por meio da utilização de ativador(es). O agente de sopragem baseados em estanho. O ativador baseado em estanho também reduz a temperatura de ativação de um agente químico de sopragem, permitindo liberação melhor de gás durante o processamento de plásticos. Óxido de dibutil estanho ou maleatos de estanho são ativadores superiores de agentes de sopragem de polímero de cloreto de vinila.