



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

(11) PI 0502534-6 B1

(22) Data do Depósito: 17/06/2005

(45) Data de Concessão: 01/12/2015

(RPI 2343)



(54) Título: PROCESSO PARA FORMAR GEL PERFLUORELASTOMÉRICO

(51) Int.Cl.: C08F 14/26

(30) Prioridade Unionista: 22/06/2004 IT MI2004 A 001251

(73) Titular(es): SOLVAY SOLEXIS S.P.A.

(72) Inventor(es): STEFANO ARRIGONI, MARCO APOSTOLO, MARGHERITA ALBANO

“PROCESSO PARA FORMAR GEL PERFLUORELASTOMÉRICO.”

A presente invenção refere-se às composições perfluorelastoméricas possuindo uma resistência térmica melhorada, propriedades de vedação melhoradas, propriedades mecânicas melhoradas.

5 Os perfluorelastômeros curados da presente invenção são usados na preparação de artigos manufaturados como anéis O, gaxetas, vedações de eixo, mangueiras de combustível etc., mostrando a combinação das propriedades melhoradas acima.

10 É sabido que os fluorelastômeros são utilizados por suas altas propriedades de resistência química, resistência mecânica, boas propriedades de vedação e baixa permeabilidade. O requerimento do mercado é haver perfluorelastômeros disponíveis possuindo propriedades acima melhoradas. Veja por exemplo as patentes EP 1.031.607, EP 1.031.606, US 5.585.449, US 5.948.868, US 5.902.857.

15 Em geral na técnica anterior os perfluorelastômeros são empregados até em temperaturas de 230°C. Se uma melhoria da resistência térmica for desejada, será necessário usar sistemas de cura específicos. Veja patentes US 5.902.857 e US 5.948.868 nas quais o agente reticulante é uma bis-olefina, que permite a obtenção de artigos manufaturados utilizáveis até
20 em temperaturas da ordem de 300°C. Em geral também é sabido que o aumento da temperatura de uso, por exemplo, de 275°C para 300°C, piora notavelmente as propriedades de resistência térmica e de vedação.

Foi sentida a necessidade de haver perfluorelastômeros curados disponíveis possuindo uma resistência térmica melhorada,
25 propriedades de vedação melhoradas, propriedades mecânicas melhoradas.

De fato são requeridos perfluorelastômeros, que, curados com agentes reticulantes convencionais, por exemplo, triálil-isocianurato podem ser mencionados, mostram uma combinação melhorada das propriedades acima, em particular uma temperatura de uso maior do que aqueles obtidos

pelo emprego deste agente reticulante de acordo com a técnica anterior. Por exemplo, pelo uso de trialil-isocianurato, os perfluorelastômeros no comércio são utilizáveis no máximo até 230°C. Perfluorelastômeros curados com trialil-isocianurato possuindo uma classificação térmica maior são desejados pelos usuários.

São igualmente requeridos perfluorelastômeros, que, curados com bis-olefinas, mostram uma combinação melhorada das propriedades acima, em particular uma temperatura de utilização maior do que aqueles obtidos pelo uso de citados agentes reticulantes de acordo com a técnica anterior. Por exemplo, pelo uso de bis-olefinas, os perfluorelastômeros no comércio são utilizáveis em no máximo até 300°C. Veja, por exemplo, as patentes US 5.948.868 e US 5.902.857. Perfluorelastômeros curados com bis-olefinas possuindo uma classificação térmica maior são desejados pelos usuários.

Têm-se verificado uma solução para o problema técnico acima e para obter perfluorelastômeros possuindo a combinação das propriedades melhoradas acima.

Um objetivo da presente invenção refere-se aos géis de perfluorelastômero possuindo as seguintes propriedades:

- aparência: sólido gelatinoso transparente;
- teor de água entre 10% e 90% em peso;
- densidade entre 1,1 g/cm³ e 2,1 g/cm³;

o citado gel satisfazendo ao seguinte teste: o gel submetido à secagem em um forno a 90°C até um peso constante dá um perfluorelastômero curável.

Dos citados perfluorelastômeros curáveis, são obtidos perfluorelastômeros curáveis possuindo uma resistência térmica melhorada, propriedades de vedação melhoradas, propriedades mecânicas melhoradas comparado com os perfluorelastômeros obtidos de acordo com a técnica anterior, portanto não de géis perfluorelastoméricos.

Os citados géis são obteníveis com o processo descrito abaixo.

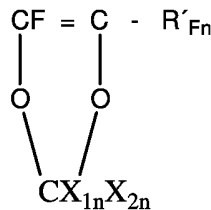
O gel perfluorelastomérico contém perfluorelastômeros baseados em TFE com pelo menos outro comonômero (per)fluorado possuindo pelo menos uma insaturação do tipo etileno.

5 Preferivelmente o comonômero é selecionado dos seguintes:

- $\text{CF}_2=\text{CFOR}_f$ (per)fluoralquil-vinil-éteres (PAVE), no qual R_f é uma $\text{C}_1\text{-C}_6$ -(per)fluoralquila;

- $\text{CF}_2=\text{CFOX}$ (per)fluor-oxoalquil-vinil-éteres, no qual X é uma $\text{C}_1\text{-C}_{12}$ -(per)fluor-oxo-alquila contendo um ou mais grupos éter;

10 - (per)fluordioxóis de fórmula:



na qual R'_{Fn} é igual a R_{Fn} ou OR_{Fn} no qual R_{Fn} é um radical perfluoralquila linear ou ramificado com 1-5 átomos de carbono, preferivelmente $\text{R}'_{\text{Fn}} = \text{OCF}_3$; X_{1n} e X_{2n} , iguais ou diferentes entre si, são F, CF_3 ;

- (per)fluorvinil-éteres (MOVE) de fórmula geral
15 $\text{CFX}_{\text{AI}}=\text{CX}_{\text{AI}}\text{OCF}_2\text{OR}_{\text{AI}}$ (A-I) na qual R_{AI} é um grupo $\text{C}_2\text{-C}_6$ -perfluoralquila linear, ramificado ou $\text{C}_5\text{-C}_6$ -perfluoralquila cíclico, ou um grupo $\text{C}_2\text{-C}_6$ -perfluor-óxi-alquila linear ou ramificado contendo de um a três átomos de oxigênio; R_{AI} pode conter opcionalmente de 1 a 2 átomos, iguais ou diferentes, selecionados dos seguintes: Cl, Br, I; $\text{X}_{\text{AI}} = \text{F}$; os compostos de
20 fórmula geral: $\text{CFX}_{\text{AI}}=\text{CX}_{\text{AI}}\text{OCF}_2\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{Y}_{\text{AI}}$ (A-II) são preferidos, na qual $\text{Y}_{\text{AI}} = \text{F}$, OCF_3 ; X_{AI} como acima; em particular (MOVE 1) $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{OCF}_2\text{CF}_3$ e (MOVE 2) $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{OCF}_3$;

- $\text{C}_3\text{-C}_8$ -perfluorolefinas; como, por exemplo, hexafluorpropeno;

25 - $\text{C}_2\text{-C}_8$ -(per)fluorolefinas contendo átomos de cloro e/ou bromo e/ou iodo;

- perfluorvinil-éteres contendo grupos cianídricos como descritos nas patentes US 4.281.092, US 5.447.993, US 5.789.489.

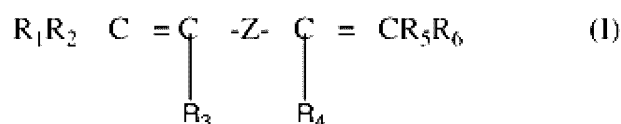
As composições monoméricas preferidas da perfluorelastômeros da invenção são as seguintes, a soma das percentagens de comonômero sendo 100%:

- tetrafluoretileno (TFE) 50-85%, perfluoralquil-vinil-éter (PAVE) e/ou perfluorvinil-éteres (MOVE) 15-50%.

Composições específicas particularmente preferidas são as seguintes, a soma das percentagens de comonômero sendo 100%:

- TFE 50-85%, PAVE 15-50%;
- TFE 50-85%, MOVE 1 15-50%;
- TFE 50-85%, MOVE 2 15-50%.
- TFE 50-85%, PAVE 1-40%, MOVE 1 1-40%;
- TFE 50-85%, PAVE 1-40%, MOVE 2 1-40%.

Perfluorelastômeros preferivelmente também compreendem unidades monoméricas derivadas de uma bis-olefina de fórmula geral:



na qual:

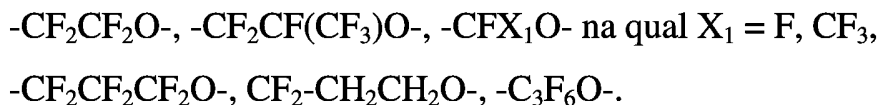
$R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6$, iguais ou diferentes entre si, são H ou C_1-C_5 -alquilas;

Z é um radical C_1-C_{18} -alquileno ou ciclo-alquileno linear ou ramificado, opcionalmente contendo átomos de oxigênio, preferivelmente pelo menos parcialmente fluorado, ou um radical (per)fluorpolioxialquileno, como descrito em EP 661.304 em nome do Requerente.

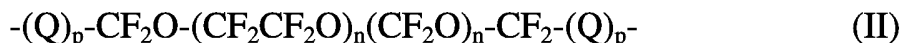
Na fórmula (I), Z é preferivelmente um radical C_4-C_{12} , mais preferivelmente C_4-C_8 , perfluoralquileno; enquanto que $R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6$ são preferivelmente hidrogênio;

quando Z for um radical (per)fluorpolioxialquileno, ele poderá

compreender unidades selecionadas das seguintes:



Preferivelmente Z possui a fórmula:



na qual: Q é um radical C₁-C₁₀-alquilenos ou oxialquilenos; p é 0 ou 1; m e n são números tais que a razão de m/n está entre 0,2 e 5 e o peso molecular numérico de citado radical (per)fluorpolioxialquilenos está dentro da faixa de 500-10.000, preferivelmente 700-2.000.

Preferivelmente Q na bis-olefina é selecionado de:



As bis-olefinas de fórmula (I) na qual Z é um radical alquilenos ou ciclo-alquilenos podem ser preparadas de acordo com o descrito, por exemplo, por I. L. Knunyants *et al.*, em "Izv. Akad. Nauk. SSSR", Ser. Khim., 1964 (2), 384-6, enquanto que as bis-olefinas contendo sequências de (per)fluorpolioxialquilenos são descritas na patente US 3.810.874.

A quantidade de unidade na cadeia derivada de bis-olefinas de fórmula (I) é em geral de 0,01 mol a 1,0 mol, preferivelmente de 0,03 mol a 0,5 mol, ainda mais preferivelmente 0,05 mol a 0,2 mol por 100 moles de outras unidades monoméricas mencionadas acima, constituindo a estrutura básica de perfluorelastômero.

Opcionalmente o gel perfluorelastomérico da invenção contém um (per)fluorpolímero semicristalino, em uma quantidade em percentagem em peso referida ao peso seco total de perfluorelastômero + perfluorpolímero semicristalino, de 0% a 70%, preferivelmente de 0% a 50% em peso, ainda mais preferivelmente de 2% a 30% em peso, sobre o total de moles de monômero.

(Per)fluorpolímero semicristalino significa um (per)fluorpolímero mostrando, além da temperatura de transição vítrea T_g,

pelo menos uma temperatura de fusão cristalina.

O (per)fluoropolímero semicristalino é constituído de homopolímeros de tetrafluoretileno (TFE), ou copolímeros de TFE com um ou mais monômeros contendo pelo menos uma insaturação do tipo etileno, em
5 uma quantidade de 0,01% a 10% em mol, preferivelmente de 0,05% a 7% em mol.

Os citados comonômeros possuindo uma insaturação de etileno são do tipo hidrogenado e fluorado. Dentre aqueles hidrogenados, etileno, propileno, monômeros acrílicos, por exemplo, metacrilato de metila,
10 ácido (met)acrílico, acrilato de butila, acrilato de hidróxi-etil-hexila, monômeros estirênicos, podem ser mencionados.

Dentre comonômeros fluorados podem ser mencionados:

- C₃-C₈-perfluorolefinas, tais como hexafluorpropeno (HFP), hexafluorisobuteno;
- 15 - C₂-C₈-fluorolefinas hidrogenadas, como fluoreto de vinila (VF), fluoreto de vinilideno (VDF), trifluoretileno, CH₂=CH-R_f perfluoralquil-etileno, no qual R_f é uma C₁-C₆-perfluoralquila;
- C₂-C₈-cloro- e/ou bromo- e/ou iodo-fluorolefinas, tal como cloro-trifluor-etileno (CTFE);
- 20 - CF₂=CFOR_f (per)fluoralquil-vinil-éteres (PAVE), no qual R_f é uma C₁-C₆-(per)fluoralquila, por exemplo CF₃, C₂F₅, C₃F₇;
- CF₂=CFOX (per)fluor-oxoalquil-vinil-éteres, no qual X é: uma C₁-C₁₂-alquila, ou uma C₁-C₁₂-oxialquila, ou uma C₁-C₁₂-(per)fluor-oxialquila possuindo um ou mais grupos éter;
- 25 - (per)fluordioxóis, preferivelmente perfluordioxóis.

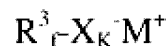
PAVEs, em particular perfluormetil-, perfluoretil-, perfluorpropil-vinil-éter e (per)fluordioxóis, preferivelmente perfluordioxóis, são comonômeros preferidos.

Opcionalmente o (per)fluoropolímero semicristalino preferido

está revestido por uma casca de um (per)fluorpolímero semicristalino contendo átomos de bromo e/ou iodo na cadeia derivada de comonômeros bromados e/ou iodados, em uma quantidade de 0,1% a 10% em mol referida aos moles totais das unidades monoméricas básicas do núcleo + casca de (per)fluorpolímero semicristalino, o (per)fluorpolímero semicristalino no núcleo e na casca pode ser de composição diferente. Veja EP 1.031.606.

A preparação de perfluorelastômeros e de (per)fluorpolímeros semicristalinos da presente invenção é realizada por polimerização dos monômeros em emulsão aquosa na presença de uma emulsão, dispersão ou microemulsão de perfluorpolioxialquilenos, de acordo com as patentes US 4.789.717 e US 4.864.006. Preferivelmente a síntese é conduzida na presença de uma microemulsão de perfluorpolioxialquilenos.

De acordo com métodos bem conhecidos da técnica anterior, são usados iniciadores radicalares, por exemplo, percarbonatos, perboratos, perfosfatos ou persulfatos de metal alcalino ou de amônio, opcionalmente com sais ferrosos, cuprosos ou de prata, ou outros metais facilmente oxidáveis. Também tensoativos de vários tipos estão opcionalmente presentes no meio reacional, dentre os quais tensoativos fluorados de fórmula:



são particularmente preferidos, na qual R^3_f é uma cadeia C_5-C_{16} - (per)fluoralquila ou cadeia (per)fluorpolioxialquila, X_K^- é $-COO^-$ ou $-SO_3^-$, M^+ é selecionado dentre: H^+ , NH_4^+ , ou um íon de metal alcalino. Dentre os mais comumente usados recomendamos: pefluoroctanoato de amônio, (per)fluorpolioxialquilenos terminados com um ou mais grupos carboxílico, etc. Veja patentes US 4.990.283 e US 4.864.006.

A reação de polimerização é em geral conduzida em temperaturas entre 25°C e 150°C, em uma pressão entre a atmosférica e até 10 MPa.

Um outro objetivo da presente invenção é um processo para

preparar géis perfluorelastoméricos partindo de um látex de polimerização compreendendo as seguintes etapas:

5 Ao. opcionalmente, misturar o látex perfluorelastomérico com um látex de (per)fluorpolímero semicristalino, em uma quantidade de 0% a 70% em peso, preferivelmente de 0% a 50%, mais preferivelmente de 2% a 30% em peso, referida ao total de peso seco de perfluorelastômero + (per)fluorpolímero semicristalino;

10 A. opcionalmente, diluir com água do látex de polimerização do perfluorelastômero, ou da mistura Ao, até obter uma concentração de perfluorelastômero, expressada em g de polímero/kg de látex, dentro da faixa de 50-600;

15 B. opcionalmente, misturar o látex de polimerização Ao, ou o látex diluído A, ou o látex de partida, com um ou mais compostos orgânicos solúveis na fase aquosa do látex, capazes de diminuir o ponto de congelamento do látex sem causarem coagulação do látex, os citados um ou mais compostos orgânicos sendo tais e/ou em uma quantidade tal que a mistura resultante possui o ponto de congelamento em uma temperatura menor do que ou igual à temperatura de transição vítrea T_g ($^{\circ}\text{C}$) do perfluorelastômero do látex;

20 C. preparar uma solução aquosa contendo um eletrólito, opcionalmente adicionar um ou mais compostos orgânicos como definidos em B, solúveis na fase aquosa do látex, capazes de abaixarem o ponto de congelamento da solução C, e sendo tais e/ou estando em uma quantidade tal que a solução C resultante possua um ponto de congelamento menor do que ou igual ao ponto de congelamento da mistura preparada em B;

D. esfriar o látex de polimerização, ou a mistura Ao, ou o látex diluído A, ou a mistura B, para uma temperatura T_1 menor do que ou igual à temperatura de transição vítrea do perfluorelastômero do látex;

E. esfriar a solução aquosa C para uma temperatura T_2 menor

do que ou igual à temperatura de transição vítrea do perfluorelastômero do látex, preferivelmente T2 sendo substancialmente igual a T1;

F. formar um gel por gotejamento da mistura D para dentro da solução E;

5 G. opcionalmente, lavar com água o gel obtido em F;

H. opcionalmente, secar o gel e obter o perfluorelastômero.

Na etapa Ao o peso seco de perfluorelastômero + (per)fluorpolímero semicristalino significa o peso de resíduo após a secagem da mistura de látex em um forno a 90°C até um peso constante.

10 Como citado, o perfluorelastômero obtido no final da polimerização parece sob a forma de látex aquoso. Na etapa A, como citado, em geral a concentração de perfluorelastômero no látex, expressada em g de polímero/kg de látex, está entre 50 e 600. Preferivelmente a concentração de látex para o processo formar géis de perfluorelastômero da presente invenção,
15 está dentro da faixa de 50-300, mais preferivelmente de 100-250 g de polímero/kg de látex.

Etapa A pode ser omitida quando, após ter sido realizada a etapa Ao opcional, a concentração de perfluorelastômero estiver dentro das faixas acima.

20 De acordo com o processo da presente invenção a etapa A opcional pode ser realizada até mesmo antes da etapa Ao opcional.

Na etapa B opcional a adição de um ou mais compostos orgânicos solúveis na fase aquosa de látex depende da Tg (°C) do perfluorelastômero do látex. Etapa B será opcional quando o
25 perfluorelastômero tiver uma temperatura de transição vítrea maior do que 0°C.

Os compostos orgânicos utilizados na etapa B têm que ser tais, e/ou adicionados em uma quantidade tal de modo a abaixar o ponto de congelamento do látex, sem dar coagulação, para um valor de temperatura

menor do que ou igual à Tg do perfluorelastômero do látex. Em geral aqueles compostos orgânicos abaixadores do ponto de congelamento em pelo menos 1-2°C, de preferência em pelo menos 3-6°C com respeito à Tg do perfluorelastômero, são preferidos.

5 Na etapa C, como citado, um ou mais compostos orgânicos como definidos em B podem ser utilizados. Os citados compostos podem ser iguais ou diferentes daqueles empregados na etapa B.

A quantidade de citados compostos orgânicos nas misturas preparadas em B e C é em geral de 5% a 70%, preferivelmente de 10% a 10 50%, de preferência de 10% a 35%, referida ao peso total da mistura. Contudo a quantidade de citados compostos é tal para garantir um ponto de congelamento das misturas preparadas, respectivamente, em B e em C, com os requerimentos acima.

Os compostos orgânicos solúveis na fase aquosa de látex 15 utilizáveis nas etapas B e C do processo da invenção possuem uma solubilidade em água maior do que 1% p/p e são preferivelmente líquidos na temperatura ambiente (20-25°C). C₁-C₅-álcoois alifáticos, por exemplo, etil-álcool, C₃-C₄-cetonas como, por exemplo, acetona, dióis, por exemplo, etileno-glicol e propileno-glicol podem, por exemplo, ser mencionados; etil- 20 álcool sendo preferido.

Exemplos de eletrólitos utilizáveis em C são sais inorgânicos, bases inorgânicas, ácidos inorgânicos. Exemplos de sais inorgânicos são sulfato de alumínio, sulfato de sódio; exemplos de bases inorgânicas são hidróxido de potássio e hidróxido de sódio; exemplos de sais inorgânicos são 25 ácido nítrico, ácido clorídrico. Preferivelmente ácidos inorgânicos, de preferência ácido nítrico, são usados.

Na etapa F, como citado, há a formação de gel do látex polimérico. Preferivelmente, durante o gotejamento da mistura esfriada obtida em D para dentro da solução esfriada obtida em E, a última é mantida sob

agitação de modo que o gel permaneça em suspensão e não deposite sobre o fundo do reator. Agitações suaves, por exemplo, de 10 rpm a 100 rpm, podem ser usadas.

5 Na etapa G a lavagem do gel é em geral realizada em temperaturas entre uma usada na etapa F e 80°C, preferivelmente de 10°C a 40°C. Em vez de água é possível utilizar soluções aquosas neutras e/ou ácidas possuindo um pH de 1 a 7.

Preferivelmente, no final desta etapa o pH do gel é trazido para um valor entre 3 e 7, por exemplo por lavagem com água.

10 Na etapa H opcional secagem é realizada em temperaturas dentro da faixa de 60°C-140°C, preferivelmente 90°C-110°C, até um peso constante do resíduo.

O processo para formar os géis da presente invenção pode ser realizado no modo em batelada ou contínuo.

15 Tem sido verificado de maneira surpreendente e inesperada que o gel perfluorelastomérico da invenção permite a obtenção de artigos manufaturados possuindo uma propriedade térmica melhorada, propriedades de vedação melhoradas, propriedades mecânicas melhoradas comparado com aqueles obteníveis com os perfluorelastômeros obtidos por coagulação de
20 látex de acordo com a técnica anterior.

Quando o gel perfluorelastomérico é seco como, por exemplo, descrito na etapa H opcional, um perfluorelastômero é obtido o qual é reticulado para produzir artigos manufaturados a serem usados, como citado, na preparação de anel O, gaxetas, vedações de eixo, mangueiras de
25 combustível etc., possuindo uma propriedade térmica melhorada, propriedades de vedação melhoradas, propriedades mecânicas melhoradas comparado com aqueles obteníveis de acordo com a técnica anterior.

Os perfluorelastômeros obteníveis do gel perfluorelastomérico, por exemplo, pelo uso da etapa H opcional do processo da invenção, são

curados para obter artigos manufaturados possuindo a combinação melhorada das propriedades acima.

Os resultados obtidos com a presente invenção são, como citado, surpreendentes e inesperados visto que não são obteníveis com o processo de coagulação realizado de acordo com a técnica anterior, em geral
5 compreendendo as seguintes etapas:

- coagular o látex usando eletrólitos desestabilizadores (sais, bases ou ácidos);
- separar o polímero coagulado dos licores-mãe;
- 10 - opcionalmente, lavar o polímero com água;
- secar o polímero.

Veja os Exemplos comparativos.

A cura é realizada por via peroxídica. Portanto, preferivelmente, o perfluorelastômero contém na cadeia e/ou na posição
15 terminal da macromolécula átomos de iodo e/ou de bromo. A introdução na matriz perfluorelastomérica de tais átomos de iodo e/ou de bromo pode ser conduzida pela adição de comonômeros de "sítio de cura" iodados e/ou bromados, como bromo e/ou iodo-olefinas possuindo de 2 a 10 átomos de carbono, como descrito, por exemplo, nas patentes US 4.035.565, US
20 4.694.045, ou iodo e/ou bromo-flúor-alquil-vinil-éteres, como descrito nas patentes US 4.745.165, US 4.564.662 e EP 199.138, em quantidades tais que o teor de comonômeros de "sítio de cura" no produto final é em geral de 0,05 mol a 4 moles por 100 moles das outras unidades monoméricas básicas.

Outros compostos iodados adequados são compostos triiodados derivados de triazinas como descrito no pedido de patente europeia
25 EP 860.436 e no pedido de patente europeia 979.832.

Alternativamente e também em combinação com os comonômeros de "sítio de cura", é possível a introdução no perfluorelastômero de átomos de iodo e/ou de bromo na posição terminal pela

adição ma mistura reacional de agentes de transferência de cadeia iodados e/ou bromados como, por exemplo, os compostos de fórmula $R_f^{II}(I)_{xi}(Br)_{yi}$, na qual R_f^{II} é uma (per)fluoralquila ou uma (per)fluorcloroalquila possuindo de 1 a 8 átomos de carbono, xi e yi são números inteiros entre 0 e 2, com $1 \leq xi + yi \leq 2$ (veja, por exemplo, patentes US 4.243.770 e US 4.843.622). Também é possível o uso de agentes de transferência de cadeia ou de brometos e/ou iodetos de metal alcalino ou de metal alcalino-terroso, de acordo com a patente US 5.173.553.

A quantidade de iodo e/ou bromo na posição terminal varia de 0,001% a 3%, preferivelmente de 0,01% a 1,5% em peso com respeito ao peso total de polímero.

Preferivelmente os perfluorelastômeros da invenção contêm iodo, de preferência o iodo está na posição terminal.

Em combinação com agentes de transferência de cadeia contendo iodo e/ou bromo, outros agentes de transferência de cadeia conhecidos na técnica anterior, como acetato de etila, malonato de dimetila, etc., podem ser utilizados.

Para curar a mistura outros produtos são então adicionados como, por exemplo, os seguintes:

- peróxidos capazes de gerarem radicais por aquecimento, por exemplo: peróxidos de dialquila, em particular peróxido de di-terc-butila e 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butil-peróxi)hexano; peróxidos de dialquil-arila como, por exemplo, peróxido de di-cumila; peróxido de dibenzoíla; perbenzoato de di-terc-butila; di[1,3-dimetil-1,3-(terc-butil-peróxi)butil]-carbonato. Outros sistemas peroxídicos são descritos, por exemplo, nos pedidos de patente EP 136.596 e EP 410.351.

A quantidade de peróxido é em geral de 0,5% a 10% em peso com respeito ao polímero, preferivelmente de 0,6%-4% em peso;

- agentes de cura, em quantidades geralmente entre 0,5% e

10%, preferivelmente entre 1% e 7% em peso com respeito ao polímero; dentre eles, bis-olefinas de fórmula (I); trialil-cianurato, trialil-isocianurato (TAIC), tris-(dialil-amina)-s-triazina; trialil-fosfito; N,N-dialil-acrilamida; N,N,N',N'-tetraalil-malonamida; tri-vinil-isocianurato; e 4,6-tri-vinil-metil-trissiloxano, etc., são comumente usados: TAIC e a bis-olefina de fórmula:



são particularmente preferidos;

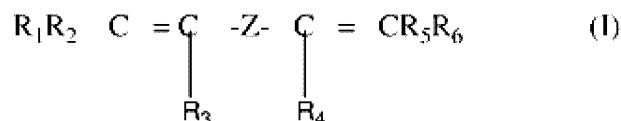
opcionalmente

- um composto de metal, em quantidades entre 1% e 15%, preferivelmente de 2% a 10% em peso com respeito ao polímero, selecionado de hidróxidos ou óxidos de metal divalente como, por exemplo, Mg, Zn, Ca ou Pb, opcionalmente associados com um sal de ácido fraco, como estearatos, benzoatos, carbonatos, oxalatos ou fosfitos de Ba, Na, K, Pb, Ca;

- outros aditivos convencionais, como cargas minerais, fluoropolímeros semicristalinos em pó, pigmentos, antioxidantes, estabilizadores e semelhantes.

A cura preferida para perfluorelastômeros compreendendo iodo é conduzida pelo uso de um sistema reticulante peroxídico compreendendo:

- como agente reticulante uma bis-olefina possuindo a fórmula geral:



na qual:

R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 e Z são como definidos acima;

a quantidade de agente reticulante em geral sendo de 0,5% a 10% em peso com respeito ao polímero, preferivelmente 1%-5% em peso;

- peróxidos capazes de gerarem radicais por aquecimento, por exemplo: peróxidos de dialquila, em particular peróxido de di-terc-butila

e 2,5-dimetil-2,5-di(terc-butil-peróxi)hexano; peróxidos de dialquil-arila tais como, por exemplo, peróxido de di-cumila; peróxido de dibenzoíla; perbenzoato de di-terc-butila; di[1,3-dimetil-1,3-(terc-butil-peróxi)butil]-carbonato. Outros sistemas peroxídicos são descritos, por exemplo, nos
5 pedidos de patente EP 136.596 e EP 410.351.

A quantidade de peróxido é em geral de 0,5% a 10% em peso com respeito ao polímero, preferivelmente de 0,6%-4% em peso.

Tem sido verificado, em adição, que além do sistema reticulante acima, agentes reticulantes conhecidos, preferivelmente TAIC,
10 também podem ser utilizados. Tem sido verificado que a adição de quantidades pequenas de TAIC no sistema reticulante permite melhorar adicionalmente as propriedades do perfluorelastômero como, por exemplo, a estabilidade térmica e as propriedades mecânicas.

O gel obtido com o processo da invenção pode ser usado para
15 conferir uma resistência química melhorada e uma permeabilidade reduzida a solventes, para vedar artigos manufaturados, por exemplo, anel O ou vedações de eixo, obtidos com elastômeros fluorados ou não-fluorados. Para este propósito, o gel é preferivelmente adicionado nos ingredientes reticulantes, por exemplo, aqueles mencionados acima, a mistura obtida é
20 espalhada sobre o revestimento e é curada.

Exemplos de elastômeros não-fluorado são: poliisopreno, poli(estireno/butadieno), poli(acrilonitrila/butadieno), poli(etileno/propileno/dieno), policloropreno, poliuretanos, poliisobutileno. Exemplos de elastômeros fluorados são elastômeros baseados em VDF com comonômeros
25 como hexafluorpropeno, metil-vinil-éter, tetrafluoretileno.

A Tg do polímero é determinada por DSC em uma porção de látex, coagulado por métodos convencionais, por exemplo, em forno a 90°C até um peso constante. Veja ASTM D 3418.

Verificou-se que a estabilidade térmica dos artigos

manufaturados com os perfluorelastômeros da presente invenção, por exemplo, anel O, é mantida até mesmo acima de 300°C. O anel O preparado com os perfluorelastômeros obtidos com processos de coagulação conhecidos, por exemplo, por coagulação com sais inorgânicos, mostra preferivelmente maiores valores de recuperação da forma após compressão.

Os seguintes exemplos são dados para propósitos ilustrativos mas não limitantes da presente invenção.

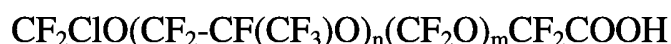
EXEMPLOS

EXEMPLO A

10 Polimerização do látex de perfluorelastômero

Em um autoclave de aço de 22 l (litros), equipado com agitador trabalhando a 460 rpm têm sido introduzidos, após evacuação, 14,5 litros de água desmineralizada e 145 ml de uma microemulsão obtida pela mistura de:

15 - 32 ml de um perfluorpolioxialquileno possuindo grupo terminal ácido de fórmula:



na qual $n/m = 10$, possuindo peso molecular médio de 600;

- 32 ml de uma solução aquosa de NH_4OH a 30% em volume;

20 - 62 ml de água desmineralizada;

- 19 ml de Galden® D02 de fórmula:



na qual $n/m = 20$, possuindo peso molecular médio de 450.

O autoclave foi então aquecido para 80°C e mantido na citada temperatura durante toda a reação. Então 35 g de 1,4-diiodoperfluorbutano ($\text{C}_4\text{F}_8\text{I}_2$) foram introduzidos no autoclave.

A mistura de monômeros possuindo a seguinte composição molar é então adicionada: tetrafluoretileno (TFE) 35%, perfluormetil-vinil-

éter (MVE) 65%, de modo a trazer a pressão para 2,5 MPa rel.

No autoclave são então introduzidos:

- 0,7 g de persulfato de amônio (APS) como iniciador;
- 18 g de bis-olefina de fórmula $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CF}_2)_6-\text{CH}=\text{CH}_2$.

5 A adição de bis-olefina foi realizada em 20 porções, cada uma de 0,9 g, partindo do começo da polimerização e a cada aumento de 5% na conversão de monômeros.

A pressão de 2,5 MPa rel. é mantida constante durante toda a polimerização pela alimentação de uma mistura possuindo a seguinte
10 composição molar: tetrafluoretileno (TFE) 60%, perfluormetil-vinil-éter (MVE) 40%.

Após ter alimentado 6.600 g de mistura de monômeros, o autoclave é esfriado e o látex é descarregado. A reação demorou no todo 160 min.

15 O látex assim obtido possui uma concentração igual a $290 \frac{\text{g}_{\text{polímero}}}{\text{kg}_{\text{látex}}}$ e é usado nos Exemplos da invenção e nos Exemplos comparativos.

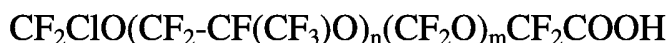
50 ml de látex são coagulados por gotejamento para dentro de uma solução de sulfato de alumínio. O polímero obtido é seco a 90°C em um
20 forno com circulação de ar por 16 horas. Por DSC a T_g do material é determinada, sendo igual a -3°C .

EXEMPLO B

Obtenção de látex de (per)fluorpolímero semicristalino

Em um autoclave de 10 L, equipado com agitador trabalhando
25 a 545 rpm têm sido introduzidos, após evacuação, 6,5 litros de água desmineralizada e 260 ml de uma microemulsão de perfluorpolioxialquileno previamente obtido por misturação de:

- 56,4 ml de um perfluorpolioxialquileno possuindo grupo terminal ácido de fórmula:



na qual $n/m = 10$, possuindo peso molecular médio de 600;

- 56,4 ml de uma solução aquosa de NH_4OH a 30% em volume;

- 112,8 ml de água desmineralizada;

5 - 34,4 ml de Galden® D02 de fórmula:



na qual $n/m = 20$, possuindo peso molecular médio de 450.

O autoclave foi então aquecido para 80°C e mantido na citada temperatura durante toda a reação. O autoclave foi trazido para a pressão de 0,06 MPa com etano e depois para a pressão de 2 MPa com uma mistura monomérica constituída de 6,5% em mol de perfluormetil-vinil-éter (PMVE) e 93,5% em mol de tetrafluoretileno (TFE).

Então 0,13 g de persulfato de amônio (APS) como iniciador foi introduzido no autoclave.

15 Durante a reação a pressão é mantida a 2 MPa por alimentação contínua da seguinte mistura monomérica: 2% em mol de PMVE e 98% em mol de TFE.

Após 160 minutos de reação, correspondendo a 100% de conversão de monômeros, o autoclave é esfriado e o látex é descarregado.

20 O látex assim obtido é usado nos Exemplos e nos Exemplos comparativos.

EXEMPLO 1

Geleificação de látex e lavagem do gel

8 l de água desmineralizada, 3 l de etil-álcool a 95% em água, e 8 l de látex preparado de acordo com o Exemplo A são alimentados em seqüência a um reator de vidro encamisado de 30 l e equipado com agitador. O conteúdo do reator é trazido para a temperatura de -9°C .

17 l de água desmineralizada, 3,5 l de etil-álcool a 95% em

água, e 1,5 l de solução de ácido nítrico em água a 20% em peso são alimentados em seqüência em outro reator de vidro encamisado de 50 l e equipado com agitador. O conteúdo do reator é trazido para a temperatura de -9°C.

5 Sucessivamente, por meio de uma bomba peristáltica, o conteúdo do reator de 30 l é alimentado sob agitação para dentro do reator de 50 L, mantendo a temperatura a -9°C.

10 Quando a alimentação é terminada, a agitação é interrompida; o gel obtido é permitido separar sobre o fundo e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

15 A temperatura é trazida para 10°C e prossegue-se então com a realização de 4 lavagens: para cada uma das citadas lavagens 25 l de água desmineralizada são alimentados sob agitação no reator de 50 L. O material é deixado sob agitação por 10 minutos, agitação é interrompida e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

20 No final da quarta lavagem, a fase aquosa possui um pH igual a 3,3. O gel perfluorelastomérico é descarregado do fundo do reator. O gel obtido contém 42% em peso de perfluorelastômero, densidade igual a 1,4 g/cm³, e se parece com um sólido gelatinoso transparente. Então, a água de embebição é removida por prensagem; ela possui um pH igual a 2,9. Sucessivamente o perfluorelastômero é seco a 90°C em um forno com circulação de ar por 16 horas.

25 O perfluorelastômero obtido é misturado pelo uso de um misturador aberto com os ingredientes reticulantes relatados na Tabela 1. A mistura assim obtida é moldada a 170°C por 8 minutos.

Os resultados obtidos são relatados na Tabela 1.

EXEMPLO 2 (comparativo)

Coágulo de látex com sulfato de alumínio

Todas as operações descritas neste Exemplo, onde não

indicado de outro modo, são realizadas na temperatura ambiente (20°C-25°C).

15 l de água desmineralizada e 90 g de sulfato de alumínio hidratado ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 13\text{H}_2\text{O}$) são alimentados em seqüência para dentro de um reator de vidro de 40 l e equipado com agitador. Então 8 l do látex produzido de acordo com o Exemplo A são gotejados sob agitação.

Quando a alimentação é terminada, a agitação é interrompida; o polímero coagulado é deixado separar sobre o fundo e a fase sobrenadante aquosa é drenada. Prossegue-se então com a realização de 4 lavagens: para cada uma das citadas lavagens 25 l de água desmineralizada são alimentados sob agitação ao reator. O material é deixado sob agitação por 10 minutos, agitação é interrompida e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

No final da quarta lavagem, o polímero é descarregado do fundo do reator; a água de embebição é removida por prensagem. Sucessivamente o polímero é seco a 90°C em um forno com circulação de ar por 16 horas.

Prossegue-se então para a preparação da mistura e as caracterizações como descritas no Exemplo 1.

EXEMPLO 3

Geleificação de látex e lavagem de látex

20 8 l de água desmineralizada, 3 l de etil-álcool a 95% em água, 6,4 l de látex de perfluorelastômero preparado de acordo com o Exemplo A e 1,6 l de látex de (per)fluorpolímero semicristalino preparado de acordo com o Exemplo B são alimentados em seqüência a um reator de vidro encamisado de 30 l e equipado com agitador. O conteúdo do reator é trazido para a temperatura de -9°C.

25 17 l de água desmineralizada, 3,5 l de etil-álcool a 95% em água, e 1,5 l de solução de ácido nítrico em água a 20% em peso são alimentados em seqüência em outro reator de vidro encamisado de 50 l e equipado com agitador. O conteúdo do reator é trazido para a temperatura de -

9°C.

Sucessivamente, por meio de uma bomba peristáltica, o conteúdo do reator de 30 l é alimentado sob agitação para dentro do reator de 50 L, mantendo a temperatura a -9°C. Quando a alimentação é terminada, a agitação é interrompida; o gel obtido é permitido separar sobre o fundo e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

A temperatura é trazida para 10°C e prossegue-se então com a realização de 4 lavagens: para cada uma das citadas lavagens 25 l de água desmineralizada são alimentados sob agitação no reator de 50 L. O material é deixado sob agitação por 10 minutos, agitação é interrompida e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

No final da quarta lavagem, a fase aquosa possui um pH igual a 4. O gel perfluorelastomérico é descarregado do fundo do reator. O gel obtido contém 48% em peso de perfluorelastômero, densidade igual a 1,6 g/cm³, e se parece com um sólido gelatinoso transparente. Então, a água de embebedimento é removida por prensagem; ela possui um pH igual a 3,1. Sucessivamente o perfluorelastômero é seco a 90°C em um forno com circulação de ar por 16 horas.

O polímero obtido é misturado pelo uso de um misturador aberto com os ingredientes reticulantes relatados na Tabela 1. A mistura assim obtida é moldada a 170°C por 8 minutos.

Os resultados obtidos são relatados na Tabela 1.

EXEMPLO 4 (comparativo)

Coágulo de látex com sulfato de alumínio

Todas as operações descritas neste Exemplo, onde não indicado de outro modo, são realizadas na temperatura ambiente (20°C-25°C).

15 l de água desmineralizada e 90 g de sulfato de alumínio hidratado ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 13\text{H}_2\text{O}$) são alimentados em seqüência em um reator de vidro de 40 l e equipado com agitador. Então uma mistura composta de 6,4 l

de látex produzido de acordo com o Exemplo A e 1,6 l de látex preparado de acordo com o Exemplo B é gotejada sob agitação.

Quando a alimentação é terminada, a agitação é interrompida; o polímero coagulado é deixado separar sobre o fundo e a fase sobrenadante aquosa é drenada. Prossegue-se então com a realização de 4 lavagens: para cada uma das citadas lavagens 25 l de água desmineralizada são alimentados sob agitação ao reator.

O material é deixado sob agitação por 10 minutos, agitação é interrompida e a fase sobrenadante aquosa é drenada.

No final da quarta lavagem, o polímero é descarregado do fundo do reator; a água de embebição é removida por prensagem. Sucessivamente o polímero é seco a 90°C em um forno com circulação de ar por 16 horas.

Prossegue-se então para a preparação da mistura e as caracterizações como descritas no Exemplo 3.

EXEMPLO 5

O látex obtido de acordo com o Exemplo A é geleificado e o gel obtido é lavado de acordo com o processo descrito no Exemplo 1. O polímero é seco como descrito no Exemplo 1 e formulado como relatado na Tabela 2. A mistura assim obtida é moldada a 170°C por 8 minutos.

Os resultados obtidos são relatados na Tabela 2.

EXEMPLO 6 (comparativo)

O látex obtido de acordo com o Exemplo A é coagulado e o polímero obtido é lavado de acordo com o processo descrito no Exemplo 2 (comparativo). O polímero é seco como descrito no Exemplo 2 (comparativo) e formulado como relatado na Tabela 2. A mistura assim obtida é moldada a 170°C por 8 minutos.

Os resultados obtidos são relatados na Tabela 2.

Comentário sobre os resultados relatados nas Tabelas 1 e 2

Os resultados das Tabelas mostram que os artigos manufaturados curados obtidos dos perfluorelastômeros da invenção possuem propriedades de resistência térmica melhoradas (veja os dados de propriedades mecânicas após o tratamento térmico) e recuperação da forma após compressão melhorada em comparação com os artigos manufaturados de 5 mesmos polímeros obtidos de acordo com a técnica anterior.

Tabela 1

Composição em ppc (partes por cem partes)	Ex. 1	Ex. 2 comp.	Ex. 3	Ex. 4 comp
Polímero bis-olefina	100	100	100	100
Lupeerox®101 XL 45	1,5	1,5	1,5	1,5
ZnO	1,5	1,5	1,5	1,5
Auslin Black®	5	5	4	4
Sevachin® MT-LS	8	8	0	0
Sevachin® MT-LS	7	7	0	0
Propriedades mecânicas após pós-tratamento: 8 horas de gradiente + 16 horas de residência a 290°C (ASTM D 412C)				
Tensão na ruptura (MPa)	19,6	18,4	22,1	19,1
Alongamento na ruptura	180	190	235	228
Dureza (%)(Shore A)	73	73	73	70
Tratamento térmico: 70 horas a 316°C (ASTM D 573)				
Δ% Tensão na ruptura	-40	-50	-73	-74
Δ% Alongamento na ruptura	+60	+85	+148	+173
Δ Dureza (Shore A)	-2	-2	-3	-3
Recuperação da forma após compressão: 70 horas a 316°C (ASTM D 395 método B)				
Anel O #214	65	80	-	-
Recuperação da forma após compressão: 70 horas a 300°C (ASTM D 395 método B)				
Anel O #214	48	75	-	-
Recuperação da forma após compressão: 70 horas a 250°C (ASTM D 395 método B)				
Anel O #214	-	-	40	55

Tabela 2

Composição em ppe (partes por cem partes)	Ex. 5	Ex. 6 comp.
Polímero	100	100
TAIC Dmix@	2	2
Luperox@101 XL-45	1,5	1,5
ZnO	5	5
Black@ N990 MT	15	15
Propriedades mecânicas após tratamento: 1 hora de gradiente + 4 horas de residência a 230°C (ASTM D 412C)		
Tensão na ruptura (MPa)	20,4	18,1
Alongamento na ruptura (%)	118	142
Dureza (Shore A)	74	68
Tratamento térmico: 70 horas a 275°C (ASTM D 573)		
Δ% Tensão na ruptura	-9	-15
Δ% Alongamento na ruptura	+74	+100
Δ Dureza (Shore A)	-1	+1
Tratamento térmico: 24 horas a 290°C (ASTM D 573)		
Δ% Tensão na ruptura	-7	-12
Δ% Alongamento na ruptura	+46	+68
Δ Dureza (Shore A)	-2	-2

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para formar gel perfluorelastomérico, caracterizado pelo fato de possuir as seguintes propriedades:

- aparência: sólido gelatinoso transparente;
- 5 - teor de água entre 10% e 90% em peso;
- densidade entre 1,1 g/cm³ e 2,1 g/cm³;

o citado gel satisfaz o seguinte teste: o gel, submetido à secagem em um forno a 90°C até um peso constante, dá um perfluorelastômero curável, tal processo compreendendo as seguintes etapas, partindo de um látex de polimerização de perfluorelastômero:

Ao. opcionalmente, misturar o látex perfluorelastomérico com um látex de (per)fluorpolímero semicristalino, em uma quantidade de 0% a 70% em peso, referida ao total de peso seco de perfluorelastômero + (per)fluorpolímero semicristalino;

15 A. opcionalmente, diluir com água do látex de polimerização do perfluorelastômero, ou da mistura Ao, até obter uma concentração de perfluorelastômero, expressada em g de polímero/kg de látex, dentro da faixa de 50-600;

20 B. opcionalmente, misturar o látex de polimerização Ao, ou o látex diluído A, ou o látex de partida, com um ou mais compostos orgânicos solúveis na fase aquosa do látex, capazes de diminuir o ponto de congelamento do látex sem causarem coagulação do látex, os citados um ou mais compostos orgânicos sendo tais e/ou em uma quantidade tal que a mistura resultante possui o ponto de congelamento em uma temperatura

25 menor do que ou igual à temperatura de transição vítrea Tg (°C) do perfluorelastômero do látex;

C. preparar uma solução aquosa contendo um eletrólito, opcionalmente adicionar um ou mais compostos orgânicos como definidos em B, solúveis na fase aquosa do látex, isto é capazes de abaixarem o ponto de

congelamento da solução C, e sendo tais e/ou estando em uma quantidade tal que a solução C resultante possua um ponto de congelamento menor do que ou igual ao ponto de congelamento da mistura preparada em B;

5 D. esfriar o látex de polimerização, ou a mistura Ao, ou o látex diluído A, ou a mistura B, para uma temperatura T1 menor do que ou igual à temperatura de transição vítrea do perfluorelastômero do látex;

E. esfriar a solução aquosa C para uma temperatura T2 menor do que ou igual à temperatura de transição vítrea do perfluorelastômero do látex, preferivelmente T2 sendo substancialmente igual a T1;

10 F. formar um gel por gotejamento da mistura D para dentro da solução E;

G. opcionalmente, lavar com água o gel obtido em F;

H. opcionalmente, secar o gel e obter o perfluorelastômero.

15 2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa A a concentração de perfluorelastômero no látex, expressada em g de polímero/kg de látex, está entre 50 e 300.

20 3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa A será omitida se, após ter realizado a etapa Ao opcional, a concentração de perfluorelastômero estiver expressada em g de polímero/kg de látex, na faixa de 50 a 600.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa A opcional pode ser conduzida antes da etapa Ao opcional.

25 5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa B será opcional se o perfluorelastômero tiver uma temperatura de transição vítrea maior do que 0°C.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que são usados os compostos orgânicos abaixadores do ponto de congelamento em pelo menos 1-2°C, com respeito à Tg do

perfluorelastômero.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a quantidade dos compostos orgânicos como definidos em B, nas misturas preparadas em B e em C, é de 5% a 70%, referida ao peso total da mistura.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os compostos orgânicos usáveis nas etapas B e C possuem uma solubilidade em água maior do que 1% p/p e são líquidos na temperatura ambiente.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que os compostos orgânicos são selecionados de C₁-C₅-álcoois alifáticos, C₃-C₄-cetonas, e dióis selecionados entre etileno-glicol e propileno-glicol.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os eletrólitos usados em C são selecionados de sais inorgânicos, bases inorgânicas, e ácidos inorgânicos.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa G a lavagem do gel é realizada em temperaturas entre aquela usada na etapa F e 80°C, e no lugar de água são opcionalmente utilizadas soluções aquosas neutras e/ou ácidas possuindo um pH de 1 a 7.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que no final da etapa G o pH do gel é trazido para um valor entre 3 e 7.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na etapa H a secagem é realizada em temperaturas dentro da faixa de 60°C-140°C, até um peso constante do resíduo.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de ser realizado no modo em batelada ou contínuo.

RESUMO

“PROCESSO PARA FORMAR GEL PERFLUORELASTOMÉRICO”

Gel perfluorelastomérico possuindo as seguintes propriedades:

5

- aparência: sólido gelatinoso transparente;
- teor de água entre 10% e 90% em peso;
- densidade entre 1,1 g/cm³ e 2,1 g/cm³;

o citado gel satisfaz o seguinte teste: seco em um forno a 90°C até um peso constante dá perfluorelastômeros curáveis.