



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

(11) PI0209370-7 B1

(22) Data de Depósito: 24/04/2002
(45) Data da Concessão: 08/02/2011
(RPI 2092)



(51) Int.Cl.:
C03C 25/26
C08J 5/08

(54) Título: **COMPOSIÇÃO DE ENGOMAGEM, FIBRA DE VIDRO, FIBRA DE POLÍMERO, COMPÓSITO, MÉTODO PARA FABRICAR UM MATERIAL FIBROSO REFORÇADO, E MÉTODO PARA FABRICAR UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA.**

(30) Prioridade Unionista: 01/05/2001 US 09/847.009
(73) Titular(es): Owens Corning
(72) Inventor(es): Les E. Campbell, Sanjay P. Kashikar

"COMPOSIÇÃO DE ENGOMAGEM, FIBRA DE VIDRO, FIBRA DE POLÍEMRO, COMPÓSITO, MÉTODO PARA FABRICAR UM MATERIAL FIBROSO REFORÇADO, E MÉTODO PARA FABRICAR UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA"

5 CAMPO TÉCNICO E APLICABILIDADE INDUSTRIAL DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a uma composição de engomagem para revestir materiais de fibra de vidro ou outros materiais reforçadores que são usados na fabricação de 10 compósitos, que têm propriedades desejáveis tais como alta tenacidade e alta resistência à degradação química.

A composição de engomagem da presente invenção produz também compósitos com coloração mais neutra ou natural, e minimiza ou elimina descolorações associadas às 15 posições de engomagem convencionais, sem requerer o uso de um abrillantador óptico.

A composição de engomagem da presente invenção pode ser usada também para revestir fibras reforçadoras para uso em compósitos que podem ser subsequentemente pigmentados, para obter uma cor desejada. A este respeito, a composição proporciona com vantagens melhor combinação de cores, 20 sem a necessidade de aditivos compensadores de cores.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

A indústria de compósitos reforçados tem usado 25 historicamente fibras reforçadoras, tais como fibras de vidro, na forma de fibras, fios, e maçarocas contínuas ou picadas, para reforçar matriz poliméricas. Estas são usadas para fabricar uma ampla série de produtos compósitos que

possuem um alto grau de resiliência e capacidade de suporte de carga. Estes produtos compósitos podem ser fabricados também para possuir características decorativas tais como estampas, gafragem superficial e coloração.

5 Os compósitos de poliolefinas reforçados podem ser encontrados nas indústrias automotiva, elétrica e aparelhos eletrodomésticos. Seu uso requer freqüentemente combinações de propriedades mecânicas, físicas, químicas, e estéticas, específicas. Em muitas aplicações de compósitos de poliole-
10 finas reforçados, alta tenacidade, alta resistência à degra-
dação química e melhor coloração são propriedades altamente desejáveis. Também é altamente desejável produzir compósi-
tos poliolefínicos com propriedades mecânicas tais como bai-
xa deformação sob tensão e alta resistência à fadiga. Estes
15 parâmetros são considerados quando se prevê a vida útil de peças de compósitos, e também quando se projeta a peça de compósito, que freqüentemente afetam sua espessura e peso finais.

A composição de engomagem desempenha um papel im-
portante na determinação das propriedades da peça de compó-
sito reforçado. Durante a fabricação da peça de compósito,
a composição de engomagem forma uma interfase entre a fibra
reforçadora e a matriz polimérica. Quando uma carga é apli-
cada à peça de compósito, a força é transferida da matriz
25 para as fibras. Uma interfase resistente é desejada para
uma alta tenacidade do compósito. Uma alta tenacidade do
compósito pode ser atingida com boa adesão da superfície das
fibras à interfase, bem como a partir da boa adesão entre a
interfase e a matriz polimérica.

A boa adesão entre a interfase e a matriz polimérica é atingida genericamente pelo uso de uma composição de engomagem apropriada aplicada às fibras. Embora possa ser relativamente fácil individualizar e aperfeiçoar uma única propriedade específica do compósito, é difícil melhorar várias propriedades ao mesmo tempo. Por exemplo, uma composição de engomagem pode ser usada para formar uma peça de compósito com boa tenacidade inicial. Entretanto, esta composição pode não formar um compósito com outras propriedades tais como boa resistência à hidrólise e detergentes, ou boa resistência à descoloração.

Portanto, é desejável que a composição de engomagem forme uma interfase que seja tenaz, resistente à degradação térmica, resistência à degradação química, proporcione boa adesão entre a fibra e a composição de engomagem, e proporcione boa adesão entre a composição de engomagem e a matriz polimérica. Além disso, a composição de engomagem deve ser compatível com as fibras reforçadoras, que podem ser inorgânicas, e também com a matriz polimérica, que pode ser orgânica.

Para conseguir compósitos com melhor cor, é necessário ter uma composição de engomagem que compreende ingredientes termicamente estáveis que proporcionam alta resistência à oxidação e ao amarelecimento.

Tradicionalmente, as composições de engomagem usadas em compósitos de polipropileno caracterizam-se por uma emulsão aquosa de um formador de película que tem uma resina de polipropileno altamente modificada com baixo peso molecu-

lar. Por exemplo, ChemCorp 43N40, uma emulsão aquosa de uma resina de polipropileno enxertado com anidrido maléico (E43 da Eastman Chemical Company), pode ser usada com o principal agente formador de película em uma composição de engomagem. 5 E43 tem um peso molecular médio de 9.000, e representa uma resina com peso molecular relativamente baixo. Embora uma composição de engomagem baseada neste formador de película seja compatível com as fibras reforçadoras e a resina da matriz de polipropileno, a interfase final formada não é tenaz 10 devido à resistência mecânica menor deste formador de película. As peças de compósito fabricadas a partir desta composição de engomagem podem possuir propriedades mecânicas insuficientes de curto prazo e longo prazo.

Adicionalmente, em muitas composições de engomagem 15 similares, o pacote de tensoativos, usado na emulsão de formador de película, contém produtos químicos com baixo peso molecular, que podem ser insaturados, ter um ou mais grupos amina, ou ter grupos amina que podem ser caracterizados como sendo de natureza catiônica. Estes produtos químicos contribuem para propriedades insatisfatórias do compósito, tal 20 como a descoloração da peça de compósito. Os exemplos desses produtos químicos são ácidos graxos insaturados (tais como os ácidos oléico, linoléico e linolênico), e agentes neutralizadores baseados em aminas (tais como trietil-amina 25 e tensoativos catiônicos que contêm nitrogênio). Estas propriedades tornam a peça de compósito final inadequada para muitas aplicações, e limitam seu uso. Portanto, há uma ne-

cessidade de se obter uma composição de engomagem que supere esses problemas.

A descoloração em produtos de compósitos moldados, ou nos materiais usados para a fabricação de produtos de compósitos moldados, pode advir da presença de contaminantes em um ou mais materiais que perfazem a formulação do compósito, ou da presença de impurezas nos ingredientes que são usados para formar compósitos reforçados com fibras. Estes ingredientes podem ser materiais usados em composições de engomagem para revestir fibras reforçadoras antes que eles sejam transformados por moldagem em compósitos. Por exemplo, as composições de engomagem convencionais conferem freqüentemente uma cor amarela ou outra descoloração aos reforços de fibra depois que essas engomagens são aplicadas. Estas descolorações são então levadas para dentro do produto compósito quando os reforços são moldados. Estas descolorações podem ser causadas por decomposição oxidante de produtos químicos insaturados, tais como tensoativos graxos insaturados e/ou lubrificantes, que têm baixa estabilidade térmica. Estas descolorações podem ser causadas também por compostos que contêm nitrogênio, tais como amidas, imidas, tensoativos catiônicos ou produtos químicos baseados em aminas, que são usados, por exemplo, como agentes neutralizadores.

Historicamente, o problema da descoloração foi enfrentado parcialmente pela adição de ingredientes à formulação do compósito para obstar a descoloração antes que a formulação do compósito seja moldada. Freqüentemente, antioxi-

dantes são usados nas formulações constituintes para minimizar a degradação térmica e a descoloração a ela associada. Além disso, o ingrediente adicionado pode ser um colorante, como por exemplo, um pigmento ou corante, que muda a cor da formulação do compósito. Por exemplo, um pigmento ou corante azul pode ser adicionado à formulação do compósito, para combater uma descoloração amarela, e como resultado, o compósito moldado acabado parece mais branco.

Um método desenvolvido mais recentemente para corrigir a descoloração foi adaptado para a fabricação de compósitos reforçados com fibras. Embora ele tenha sido usado tradicionalmente em composições aplicadas para produtos de papel, roupas e plásticos, para criar uma aparência de branco brilhante. Este método envolve adicionar um abrillantador óptico, tal como um agente branqueador ou abrillantador fluorescente, à formulação do compósito ou às composições de engomagem que são aplicadas aos reforços de fibra usados para moldar compósitos. A patente nº US 5.646.207, por exemplo, descreve uma composição de engomagem que inclui um agente branqueador fluorescente, além de outros ingredientes de engomagem, tal como polipropileno carboxilado, um agente de acoplamento silânico, e um lubrificante. Entretanto, composições tais como aquelas descritas nesta patente baseiam-se especificamente na presença do agente branqueador fluorescente para reduzir a descoloração no produto compósito.

O uso de um abrillantador óptico, entretanto, não resolve satisfatoriamente o problema da descoloração no compósito moldado. De acordo com a nº US 5.646.207, os proble-

mas de descoloração no compósito moldado permanecem quando o agente branqueador fluorescente é adicionado à formulação do compósito porque, para impedir a descoloração satisfatoriamente, o agente branqueador fluorescente deve ser bem dispersado dentro do polímero da matriz da formulação do compósito. Ao mesmo tempo, a patente assinala que a dispersão uniforme do abrillantador fluorescente no polímero matricial é difícil de conseguir.

Outros problemas técnicos e econômicos derivam do uso de abrillantadores ópticos, tal como um agente branqueador fluorescente, em formulações de compósitos, e particularmente, em composições de engomagem para reforços de fibra. Os problemas técnicos podem comprometer a qualidade do produto compósito, inclusive a degradação do polímero da matriz do compósito ou interações indesejáveis com outros ingredientes do compósito. Por exemplo, um abrillantador óptico tipicamente acelera a degradação do polímero matricial quando ele é exposto à luz ultravioleta (UV) ou outras formas de energia irradiante. Além disso, os abrillantadores ópticos em si podem degradar-se quimicamente com o tempo, e assim sendo, contribuem para o amarelecimento ou outra descoloração dos artigos de compósitos moldados. Outro problema observado surge quando um abrillantador óptico reage com outros ingredientes como um antioxidante que pode ser adicionado à formulação do compósito. A este respeito, combinar o abrillantador óptico com o antioxidante reduz a eficiência de ambos ingredientes, e por fim, resulta em descoloração do compósito.

Adicionalmente, observou-se que a combinação de cores de bateladas de compósitos é difícil de conseguir quando o compósito contém abrillantadores ópticos. Para compensar estas dificuldades na combinação de cores, quantidades variadas de pigmentos ou outros aditivos têm sido adicionadas ao compósito, o que torna difícil manter uma cor consistente entre bateladas. As dificuldades encontradas em produzir bateladas de compósitos com cor consistente, por sua vez, aumentam o custo de produção por requerer mais materiais de partida e custos mais altos de mão-de-obra, e portanto, apresentam uma desvantagem econômica além de problemas técnicos. Além disso, a análise das cores de artigos moldados que contêm abrillantadores ópticos é difícil porque os artigos comportam-se diferentemente sob tipos de iluminação e condições diferentes. Estes problemas com análise de cores também aumentam os custos de produzir reforços de fibra e/ou o produto compósito. O uso de abrillantadores ópticos contribui ainda para maiores custos de produção simplesmente porque eles são produtos químicos onerosos.

Em algumas aplicações, tais como a fabricação de peças de máquinas de lavar, pode-se desejar que o produto compósito moldado tenha uma cor branca. A este respeito, pigmentos branqueadores têm sido adicionados diretamente à composição de moldagem do compósito, para proporcionar a coloração branca. Um pigmento branqueador usado tipicamente é dióxido de titânio (TiO_2) em pó. Entretanto, a adição de pigmentos branqueadores, tal como o TiO_2 , resulta em dano às

fibras de vidro reforçadoras e reduz dramaticamente a resistência mecânica do compósito.

Portanto, existe uma necessidade nessas técnicas para se obter uma composição de engomagem econômica que, quando aplicada a fibras reforçadoras usadas em um processo de moldagem de compósitos, proporciona maior brancura, brilho e/ou compatibilidade de cor no produto compósito moldado, sem requerer o uso de um abrillantador óptico, e ao mesmo tempo, mantendo as propriedades de resistência desejadas do produto compósito moldado. Há também uma necessidade de se obter uma composição de engomagem que seja estável à degradação por oxidação e que, quando aplicada a materiais fibrosos reforçadores usados na fabricação de compósitos moldados, não resultará em descoloração do produto compósito moldado. Há também a necessidade de se obter uma composição de engomagem que seja estável à degradação por oxidação e resistente à degradação térmica, criando desta forma uma interfase mais resistente, que proporciona propriedades mecânicas desejáveis de curto prazo e longo prazo, e maior resistência à quebra química e térmica da peça de compósito reforçado.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Uma ou mais necessidades nas técnicas anteriores, como descrito acima, são atendidas pela presente invenção. A invenção refere-se a uma composição de engomagem substancialmente não descolorante, para materiais fibrosos reforçadores, compreendendo uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, uma mescla de dois ou mais ácidos graxos, e um ou mais agentes acopladores silânicos.

A invenção refere-se também a uma fibra revestida com uma composição de engomagem substancialmente não descolorante para, por exemplo, materiais reforçadores, compreendendo uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, 5 uma mescla de dois ou mais ácidos graxos, e um ou mais agentes acopladores silânicos.

A invenção refere-se também a um método para fabricar um material fibroso reforçador engomado substancialmente não descolorante, compreendendo preparar uma composição 10 de engomagem que compreende uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, uma mescla de dois ou mais ácidos graxos saturados, e um ou mais agentes acopladores silânicos; colocar as superfícies de uma pluralidade de filamentos de um material fibroso reforçador em contato com a composição 15 de engomagem; e deixar a composição de engomagem solidificar sobre as superfícies da pluralidade de filamentos, para formar um material fibroso reforçador substancialmente não descolorante.

A invenção refere-se ainda a um método para fabricar 20 um compósito reforçado com fibra, compreendendo aplicar uma composição de engomagem que substancialmente não descolorante, que compreende uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, uma mescla de dois ou mais ácidos graxos saturados, e um ou mais agentes acopladores silânicos, 25 sobre as superfícies de um material fibroso reforçador, para formar um material fibroso reforçador engomado; e moldar o material fibroso reforçador engomado com uma resina matricial, para

formar um compósito reforçado com fibra que tem mínima descoloração.

A invenção refere-se ainda a um compósito que compreende uma fibra revestida com uma composição de engomagem substancialmente não descolorante para reforçar materiais fibrosos reforçadores, que proporciona maior tenacidade de curto prazo e longo prazo ao compósito, maior resistência à degradação química do compósito (devido à hidrólise ou detergentes), compreendendo uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, uma mescla de dois ou mais ácidos graxos, e um ou mais agentes acopladores silânicos.

Outros objetivos, características e vantagens da invenção ficarão evidentes a partir da descrição detalhada que se segue.

15 DESCRÍÇÃO DETALHADA DAS MODALIDADES PREFERIDAS DA INVENÇÃO

Em uma modalidade, a presente invenção compreende uma composição que é apropriada para engomar materiais fibrosos reforçadores a serem usados na fabricação de compósitos reforçados com fibra. A composição de engomagem proporciona melhor desempenho mecânico de curto prazo de um compósito reforçado com fibra, tal como maior tenacidade. A composição de engomagem proporciona também melhor desempenho mecânico de longo prazo do compósito, tal como maior resistência à deformação e fadiga. Em outra modalidade, a composição de engomagem proporciona um compósito com maior resistência à degradação térmica e química, inclusive degradação devido à hidrólise.

Propriedades tais como brancura, coloração neutra e facilidade de combinação de cores do compósito reforçado com fibra são desejadas, além de bom desempenho mecânico de curto prazo e longo prazo, e boa resistência à degradação térmica e química. Embora não completamente entendido, acredita-se que a descoloração associada à oxidação térmica e degradação química da composição de engomagem refere-se à degradação da interfase. Isto causa fraca adesão entre a fibra e a matriz polimérica, levando a um pior desempenho mecânico global do compósito. A presente invenção proporciona melhor desempenho do compósito reforçado pela seleção de componentes da composição de engomagem que resistem à oxidação térmica ou degradação química.

Em outra modalidade, a presente invenção comprehende uma composição de engomagem que substancialmente não descolorante. O termo "substancialmente não descolorante" ou "tendo descoloração mínima", como aqui utilizado, pretende significar que a composição de engomagem não causa qualquer descoloração do material fibroso reforçador tratado com a engomagem ou do compósito formado a partir dele, ou alternativamente, a composição de engomagem causa somente coloração ínfima, de tal modo que a brancura ou cor neutra no material fibroso reforçador ou do compósito moldado resultante seja otimizada. O termo pretende também significar que o material fibroso reforçador ou o produto compósito moldado pode ter cor combinada com outras bateladas de materiais similares sem as dificuldades técnicas e econômicas tipicamente

associadas às variações em cor causadas pela inclusão de um abrillhantador óptico.

Embora a razão do efeito substancialmente não des-colorante da composição de engomagem da presente invenção 5 não tenha sido definitivamente estabelecido, a requerente acredita que ele pode dever-se, em parte, ao fato de que os componentes selecionados da composição de engomagem proporcionam melhor resistência à degradação térmica ou oxidante. Os componentes baseiam-se, de preferência, principalmente em 10 espécies moleculares que não têm quaisquer ligações duplas reativas ou muito poucas ligações duplas reativas, isto é, eles são, por exemplo, altamente saturados. O termo "alta-memente saturados", como aqui utilizado com relação a compo- 15 nentes específicos da composição de engomagem, pretende sig-nificar que a proporção de ligações orgânicas insaturadas nesses ingredientes é quase zero ou até um máximo de 0,35, quantificada pelo Índice de Iodo do ingrediente. Isto sig-nifica que os componentes são também isentos de quaisquer espécies moleculares altamente insaturadas, tais como produ- 20 tos químicos insaturados, tensoativos insaturados, lubrifi-cantes insaturados, agentes de molhamento insaturados, agen-tes antiespumantes insaturados e outros compostos insatura-dos.

Acredita-se que a insaturação ou ligações duplas 25 nesses compostos insaturados faz com que eles sejam mais re- ativos a mecanismos de degradação química, tal como a oxida- ção. Como resultado, os compostos são mais suscetíveis a desenvolver produtos da reação de descoloração na formulação

de engomagem ou na formulação do compósito. O efeito substancialmente não descolorante pode ser também parcialmente atribuível à ausência preferida de compostos que contêm nitrogênio, tais como algumas aminas, imidas e amidas, inclusive aminas graxas, amidas graxas, e tensoativos catiônicos que contêm nitrogênio, que causam descoloração. Similarmente, os compostos que contêm nitrogênio, que não descolorem, podem ser usados e ao mesmo tempo mantendo a propriedade não descolorante. Em contraste com os tipos supramencionados de compostos, a composição de engomagem da presente invenção baseia-se em produtos químicos altamente saturados ou produtos químicos que não têm nenhuma ligação dupla ou poucas ligações duplas, que são mais estáveis contra oxidação e calor do que os compostos insaturados usados convencionalmente neste campo de diligência.

A composição de engomagem da presente invenção inclui um ou mais polímeros formadores de película selecionados no grupo de poliolefinas enxertadas ou quimicamente modificadas. O termo "poliolefina enxertada" ou "poliolefina quimicamente modificada", como aqui utilizado, pretende significar uma olefina polimérica que foi quimicamente modificada e funcionalizada para incorporar um ou mais grupos reativos dentro da cadeia principal do polímero poliolefínico.

Grupos funcionais reativos são grupos que são capazes de sofrer reações químicas adicionais com outras espécies químicas. Alguns exemplos de tais grupos funcionais reativos são anidridos de ácidos, ácido carboxílico, hidroxila, amino, amida, éster, isocianato, ligações duplas e e-

epóxi. Embora muitos tipos de grupos funcionais reativos possam ser anexados às cadeias das poliolefinas, os grupos mais preferidos são anidridos de ácidos. Genericamente, o nível de grupos funcionais enxertados fica na faixa entre 5 0,05% e 15% em peso, baseado no peso total do polímero.

Uma poliolefinha enxertada apropriada para uso na presente invenção é adicionada à composição de engomagem como uma emulsão aquosa. Os exemplos de poliolefinas enxertadas, que podem ser usadas para formar essas emulsões, incluem polipropilenos enxertados ou modificados, polietilenos enxertados ou modificados, e misturas deles. Os exemplos de uma poliolefinha enxertada preferida são polipropilenos enxertados com anidrido maléico. As emulsões preferidas estão disponíveis no mercado como uma emulsão aquosa sob a denominação comercial ME 91725 (emulsão de polipropileno não-iônica), ou ME 91735 (emulsão de polipropileno não-iônica), na Michelman, Inc., com matriz em Cincinnati, Ohio, Estados Unidos da América.

Tipicamente, a quantidade da emulsão de poliolefinha enxertada na composição de engomagem fica na faixa entre cerca de 1% em peso e cerca de 99% em peso, baseado no peso total da composição de engomagem. De preferência, a quantidade de emulsão de poliolefinha enxertada usada é entre cerca de 4% em peso e cerca de 80% em peso. Mais preferivelmente, 25 a quantidade é entre cerca de 35% e cerca de 70% em peso.

A composição de engomagem substancialmente não descolorante da presente invenção inclui também uma mescla de dois ou mais ácidos graxos saturados. Em um aspecto, esta mescla de

ácidos graxos serve como agente nucleador, o que se acredita que afeta o tamanho e taxa de crescimento de cristalitos (serita) no compósito reforçado. A taxa de formação e o tamanho dos cristalitos resultantes têm um efeito direto e proporcional sobre o desempenho do compósito reforçado. Portanto, incluir uma quantidade eficaz da mescla de ácidos graxos como um agente nucleador tem o efeito de otimizar o desempenho do compósito, especialmente compósitos poliolefínicos.

Em outro aspecto, a mescla de ácidos graxos saturados serve como um lubrificante na composição de engomagem. Enquanto que as composições de engomagem conhecidas anteriormente nessas técnicas incluíam lubrificantes tais como o lubrificante catiônico descrito no documento nº WO 048957A1, a composição de engomagem da presente invenção elimina a necessidade de um lubrificante como um ingrediente separado além da mescla de ácidos graxos. Na composição de engomagem da presente invenção, o efeito lubrificante é proporcionado pela mescla de ácidos graxos e protege as fibras de quebra e tensão de cisalhamento. Além disso, ele deve reduzir genericamente o dano aos filamentos durante a produção das fibras, manuseio e fabricação do compósito, assegurando um melhor desempenho do compósito. Acredita-se também que a mescla de ácidos graxos atua como um agente de molhamento, proporcionando melhor cobertura dos filamentos de fibras pela composição de engomagem durante a produção das fibras, o que protege as fibras e melhora ainda mais o desempenho dos compósitos poliolefínicos reforçados. Acredita-se também que a

mescla de ácidos graxos atua, até um certo grau, como um agente desmoldante durante a operação de moldagem, proporcionando desta forma um melhor acabamento superficial às peças de compósito e operações com ciclos de moldagem mais rápidos.

Uma mescla apropriada de ácidos graxos saturados, para uso na composição de engomagem da presente invenção, pode ser selecionada entre dois ou mais ácidos graxos saturados de C₈-C₃₆, os sais destes ácidos graxos, e suas misturas. De preferência, a mescla de ácidos graxos compreende uma mistura, como uma solução, dispersão, suspensão ou emulsão de ácidos graxos de C₈-C₃₆ altamente saturados, ou seus sais, em um meio aquoso ou não aquoso. Mais preferivelmente, a mescla de ácidos graxos é fornecida como uma mistura aquosa de dois ou mais ácidos graxos saturados de C₈-C₃₆, tais como os ácidos mirístico, palmítico, pentadecanóico, margérico, esteárico, beênico ou sebácico. Um exemplo de uma mescla desses ácidos graxos é uma combinação dos ácidos palmítico, sebácico e esteárico, que pode ser obtida no mercado, por exemplo, como uma emulsão aquosa sob a denominação comercial "MoldPro 1327" na Witco Polymer Additives, uma subsidiária da Crompton Corp., Memphis, TN, Estados Unidos da América. A quantidade da mescla de ácidos graxos pode ficar na faixa entre 0,05% em peso e cerca de 80% em peso, baseado no peso total da composição de engomagem. De preferência, a mescla de ácidos graxos está presente em uma concentração na faixa entre cerca de 0,90% e cerca de 50% em

peso. Mais preferível é uma concentração de 2% a 30% em peso.

A composição de engomagem substancialmente não descolorante da presente invenção inclui também um grupo acoplador silânico. O agente acoplador silânico melhora a adesão entre o material fibroso reforçador e a resina da matriz polimérica a ser reforçada. Acredita-se que o silano forma uma "ponte" entre as fibras de vidro e a resina da matriz. Os grupos funcionais reativos no silano interagem com os grupos funcionais superficiais sobre as fibras e também com o agente formador de película da composição de engomagem. Como discutido acima, o componente formador de película da composição de engomagem é escolhido para ser compatível com a resina matricial, e eventualmente, entra na resina matricial e pode ligar-se quimicamente com a resina matricial. O agente acoplador silânico que reage com os grupos químicos superficiais do vidro pode reagir também com os grupos químicos da resina matricial.

Os agentes acopladores silânicos, que podem ser usados, incluem aqueles caracterizados pelos seguintes grupos funcionais: amino, epóxi, éster, vinila, alquila, metacrilóxi, ureido, isocianato, e siloxano. Os amino-silanos estão disponíveis comercialmente na OSI Specialties, Inc., localizada em Tarrytown, NY, E.U.A.; Dow Corning, Inc., localizada em Midland, Michigan, E.U.A.; ou Degussa-Hüls AG, localizada em Frankfurt, Alemanha. Os agentes acopladores silânicos preferidos incluem silanos que contêm um ou mais átomos de nitrogênio na forma de um ou mais dos seguintes

grupos funcionais: amina (primária, secundária, terciária ou quaternária), amino, imino, imido, ureido, isocianato ou azamido. Os exemplos destes silanos que contêm nitrogênio incluem, porém sem limitações: fenil-amino-silano, disponível comercialmente sob a denominação comercial "Y-9669" na OSi Specialties, Inc.; monocloridrato de n-2-(vinil-benzil-amino)-etil-3-amino-propil-trimetóxi-silano, disponível comercialmente sob a denominação comercial "Z-6032" na Dow Corning; e gama-amino-propil-trietóxi-silano, disponível comercialmente sob a denominação comercial "A-1100" na OSi Specialties, Inc. Outros amino-silanos úteis, disponíveis comercialmente na OSi Specialties, Inc., incluem, porém sem limitações, os produtos com as seguintes denominações comerciais: A-1101, A-1102, A-1106, A-1108, A-1110, A-1120, A-1126, A-1128, A-1130, A-1160, A-1170, A-1310, A-2120, Y-1387, Y-11343, Y-11542 e VS142. Um agente acoplador amino-silânico preferido é gama-amino-propil-trietóxi-silano. Embora o gama-amino-propil-trietóxi-silano possa ser usado sozinho, ele pode ser usado também em combinação com outros agentes amino-silânicos, com silanos que têm grupos funcionais diferentes de grupos funcionais amino, ou com silanos que não contêm nenhum nitrogênio. Os exemplos de silanos que têm grupos funcionais diferentes de grupos funcionais amino incluem, porém sem limitações: vinil-trimetóxi-silano (disponível comercialmente como A-171), glicidilóxi-propil-trimetóxi-silano (disponível comercialmente como A-187), e metacrilóxi-propil-trimetóxi-silano (disponível comercial-

mente como A-174), todos disponíveis na OSi Specialties, Inc.

O agente acoplador silânico está incluído genericamente na composição de engomagem em uma concentração entre 5 cerca de 0,05% e cerca de 40% em peso, baseado no peso total da composição de engomagem. De preferência, o agente acoplador silânico é usado em uma quantidade entre cerca de 0,2% e cerca de 25% em peso. Mais preferivelmente, a quantidade é entre cerca de 2% e cerca de 15% em peso.

10 A composição de engomagem pode incluir também um ou mais aditivos úteis para melhor a molhabilidade ou dispersão do material fibroso reforçador engomado na matriz do compósito, bem como para aumentar a facilidade de processamento e a redução de felpos no produto engomado. Esses 15 agentes podem ser selecionados no grupo de agentes acopladores que aumentam a compatibilidade do material fibroso reforçador engomado com a resina matricial. O grupo inclui, sem limitações, antioxidantes, agentes antiespumantes, auxiliares de processamento, agentes de molhamento, lubrificantes, antiestáticos, e outros aditivos convencionais conhecidos.

Um agente antiespumante pode ser adicionado à composição de engomagem para reduzir a geração de espuma durante a mistura e manuseio da composição de engomagem, antes 25 que a composição de engomagem ser aplicada ao material fibroso reforçador. Vários tipos de agentes antiespumantes podem ser usados, tais como aqueles que são baseados em silicone ou isentos de silicone. Os exemplos de agentes anti-espumantes apropriados incluem, sem limitações, aqueles dis-

poníveis comercialmente na BYK Chemie, localizada em Wesel, Alemanha, sob as denominações comerciais BYK-011, BYK-018, BYK-020, BYK-021, BYK-022, BYK-023, BYK-024, BYK-025, BYK-028, BYK-031, BYK-032, BYK-033, BYK-034, BYK-035, BYK-036, 5 BYK-037, BYK-045 ou BYK-080. Um agente antiespumante pode ser adicionado em uma quantidade de até 2% em peso, baseado no peso total da composição de engomagem. De preferência, o agente antiespumante está presente em uma quantidade entre 0,001% e cerca de 0,5% em peso. Mais preferivelmente, entre 10 cerca de 0,005% e cerca de 0,2% em peso.

A composição de engomagem pode ser preparada combinando seus ingredientes de acordo com qualquer método conhecido pelos versados nessas técnicas. De preferência, a composição de engomagem pode ser fabricada misturando os 15 componentes individuais da composição de engomagem com um diluente, para formar uma solução ou dispersão. Mais preferivelmente, o diluente é água.

A seqüência na combinação dos ingredientes pode ser importante para formar uma composição de engomagem estável. De preferência, a emulsão de poliolefina enxertada e uma mescla aquosa de ácidos graxos são misturadas entre si em água antes da adição do agente acoplador silânico. O agente acoplador silânico é adicionado, de preferência, por último, para minimizar as reações entre os ingredientes, e 25 principalmente para controlar a viscosidade da composição de engomagem. A composição de engomagem da presente invenção proporciona uma viscosidade da ordem de cerca de 8 cPs a cerca de 150 cPs. Mudanças na viscosidade são minimizadas de forma desejável porque diferenças na viscosidade podem

levar a variações na espessura da camada de composição de engomagem que é depositada sobre a superfície do material fibroso reforçador. Um aumento ou decréscimo na espessura da camada da composição de engomagem pode afetar o desempenho do material fibroso reforçador engomado no compósito.

Os componentes tais como a emulsão de polímero poliolefínico enxertado, a mescla de ácidos graxos, o agente acoplador, e o lubrificante, bem como qualquer um dos outros aditivos opcionais supramencionados, são, de preferência, combinados em quantidades eficazes para formular a composição de engomagem como uma dispersão estável que tem uma estabilidade de estocagem de até cerca de 72 horas em temperaturas entre cerca de 10 °C (49,9 °F) e cerca de 32 °C (89,6 °F). Embora o pH da composição de engomagem não seja crítico, prefere-se que a composição de engomagem final, formada combinando todos ingredientes supramencionados, tenha um pH na faixa entre cerca de 6,5 e cerca de 11.

A composição de engomagem da presente invenção pode ser aplicada ao material fibroso reforçador por qualquer método apropriado, para formar um material fibroso reforçador revestido. O material fibroso reforçador, ao qual a composição de engomagem da presente invenção pode ser aplicada, pode ser selecionado entre quaisquer materiais fibrosos reforçadores conhecidos nessas técnicas. O material fibroso reforçador pode ser selecionado em qualquer dada forma entre materiais tais como fibras de vidro, fibras poliméricas (inclusive *nylon*, fibras de poliaramida, fibras de poliéster, e similares), fibras de carbono ou grafite, fibras

naturais tais como juta, cânhamo, linho, cânhamo-brasileiro e sisal, e qualquer combinação deles. De preferência, um material fibroso reforçador apropriado para uso nesta invenção é um fio que compreende vidro, polímero, ou uma mescla 5 deles.

O material fibroso reforçador pode estar na forma de filamentos individuais, linhas trançadas, fios ou maçarocas. O material fibroso reforçador engomado pode ser usado, na forma contínua ou descontínua, na fabricação de compósitos 10 reforçados com fibras. O termo "contínuo", como aqui utilizado com relação ao material fibroso reforçador, pretende incluir materiais fibrosos reforçadores que estão na forma de filamentos, filetes, fios, linhas ou maçarocas, intactas, que podem ser engomadas diretamente após a formação 15 em uma operação contínua formadora de fibras, ou que podem ser formadas e enroladas em pacotes que podem ser desenrolados posteriormente, para permitir a aplicação da composição de engomagem. O termo "descontínuo", como aqui utilizado com relação ao material fibroso reforçador, pretende incluir 20 materiais fibrosos reforçadores que foram segmentados picando ou cortando, ou que são formados em um processo projetado para formar fibras segmentadas, tal como um processo de formador de fibra por fiação. Os segmentos do material fibroso reforçador descontínuo que são usados na presente invenção 25 podem variar no comprimento, na faixa entre cerca de 2 mm e cerca de 25 mm de comprimento.

Conseqüentemente, a composição de engomagem pode ser aplicada, por exemplo, a filamentos contínuos de um ma-

terial fibroso reforçador imediatamente após sua formação em uma operação em linha. Alternativamente, a composição de engomagem pode ser aplicada fora de linha a fios desenrolados de material fibroso reforçador, que foram previamente 5 formados e embalados. A engomagem pode ser aplicada também a um material fibroso reforçador que tenha sido tecido em um pano ou aplicado a uma tela fibrosa não-tecida. Os meios para aplicar a composição de engomagem incluem, sem limitações, almofadas, atomizadores, rolos ou banhos de imersão, 10 que permitem que uma quantidade substancial das superfícies dos filamentos do material fibroso reforçador seja molhada com a composição de engomagem.

De preferência, a composição de engomagem é aplicada a uma pluralidade de filamentos continuamente em formação, de um material fibroso reforçador, tão logo eles sejam 15 formados a partir de um dispositivo formador de fibras, tal como uma bucha (bloco perfurado com centenas de orifícios). A bucha é dotada, de preferência, de pequenas aberturas para permitir a passagem de finas correntes de um material fibroso reforçador fundido. Conforme as correntes do material 20 fundido emergem das aberturas da bucha, cada corrente é atenuada e puxada para baixo a fim de formar um filamento longo contínuo. Os filamentos continuamente em formação podem ser então aglomerados em fios para enrolar em fardos ou bobinas. 25 Os fios picados ou os fardos em formação são então secados. Tipicamente, os fios picados são secados em uma estufa usando uma temperatura na faixa entre cerca de 60 °C (140 °F) e cerca de 200 °C (392 °F). Tipicamente, os fardos em forma-

ção são secados em um forno estático por um período entre cerca de 7 horas e cerca de 23 horas em uma temperatura de cerca de 129 °C (264,2 °F), após o que eles estão prontos para uso em operações de fabricação de compósitos.

O material fibroso reforçador engomado resultante pode ser utilizado para formar um material compósito que não tem substancialmente qualquer descoloração, devido principalmente ao uso da composição de engomagem não descolorante da presente invenção depositada sobre as fibras. As resinas matriciais apropriadas para este propósito podem ser polímeros termoplásticos, polímeros termofixos, polímeros processáveis em solução, polímeros baseados em água, monômeros, oligômeros, e polímeros curáveis por ar, calor, luz, raios X, raios gama, radiação de microondas, radiação UV, radiação infravermelha, descarga elétrica luminosa (descarga de coroa ou escova), feixes de elétrons, e outras formas similares de radiação eletromagnética. As resinas matriciais apropriadas incluem, porém sem limitações, poliolefinas, poliolefinas modificadas, poliésteres saturados ou insaturados, poliamidas, poliacrilamidas, poliimidas, poliéteres vinílicos, poliestirenos, polióxidos, policarbonatos, polissiloxanos, polissulfonas, polianidridos, poliimininas, mesclas, ligas e misturas de polímeros, epóxi, poliacrílicos, poliésteres vinílicos, poliuretana, resinas maléicas, resinas ureicas, resinas melamínicas, resinas fenólicas, e resinas furânicas.

De preferência, a resina da matriz é uma poliolefina. Um exemplo dessa poliolefina é um homopolímero de po-

lipropileno disponível comercialmente como "Moplen KF 6100" na Basell Polypropylene GmbH, em Mainz, Alemanha. A formulação do compósito pode incluir também um ou mais aditivos convencionalmente conhecidos, tais como agentes acopladores, 5 compatibilizadores, retardantes de chama, pigmentos, antioxidantes, lubrificantes, antiestáticos, e cargas. Os exemplos de antioxidantes apropriados, usados durante o processo de formulação, estão disponíveis comercialmente sob as denominações comerciais "HP2215" e "HP2225" na Ciba Specialty 10 Chemicals, Inc., de Basel, Suíça.

O processo de formular e moldar o material fibroso reforçador engomado e a resina matricial, para formar um compósito, pode ser realizado por quaisquer meios conhecidos convencionalmente nessas técnicas. Estes meios para formular e moldar incluem, sem limitações, extrusão, revestimento de fios, moldagem por compressão, moldagem por injeção, moldagem por extrusão-compressão, moldagem por extrusão-injeção-compressão, e injeção de fibras longas. Em uma modalidade preferida da presente invenção, quando se usa compósitos de poliolefinas, o fio de fibra picada é revestido com a composição de engomagem e é extrudado com a matriz de resina de poliolefina para formar pelotas. Estas pelotas picadas são então moldadas por injeção adequadamente para dar uma peça moldada desejada de compósito.

25 A quantidade de resina matricial incluída no compósito é genericamente entre cerca de 1% e cerca de 99% em peso, baseado no peso total da formulação do compósito. De preferência, a composição percentual da resina matricial é

entre cerca de 30% e cerca de 95% em peso. Mais preferivelmente, ela é entre cerca de 60% e cerca de 95% em peso, baseado no peso total do compósito.

A composição de engomagem da presente invenção 5 proporciona um revestimento sobre as fibras reforçadoras, que melhora a compatibilidade e adesão com a matriz de resina, e resulta em compósitos com propriedades mais desejáveis, tais como melhor desempenho mecânico de curto prazo e longo prazo, e maior resistência a produtos químicos, detergentes, oxidação e hidrólise. Embora o mecanismo não esteja inteiramente entendido, em compósitos, observa-se genericamente que os produtos químicos, detergentes e a água que atacam a resina da matriz e outros ingredientes presentes na formulação dos compósitos, atacam também a região da inter-10 fase vidro/matriz que é responsável pelo desempenho dos compósitos, baixando desta forma a adesão e o desempenho dos compósitos.

Quando uma coloração específica do produto compósito final é uma certa coloração desejada, pigmentos ou outros aditivos intensificadores de cor podem ser adicionados à formulação do compósito antes ou durante o processo de moldagem. Adicionalmente, pode-se desejar que a formulação do compósito não contenha qualquer descoloração inerente que pudesse afetar a cor desejada do produto compósito moldado. 15 Portanto, é desejável que o compósito tenha uma coloração límpida ou neutra. Em outras aplicações, pode ser preferível que a formulação do compósito seja branca, em cujo caso um pigmento branco pode ser adicionado. Ao preparar formula-

lações brancas de compósitos, é também desejável que a descoloração do compósito seja mantida em um valor mínimo.

A composição de engomagem descrita acima pode adequadamente compreender, consistir de, ou consistir essencialmente de uma emulsão que compreende uma poliolefina enxertada, ácidos graxos saturados, agentes acopladores silânicos, aditivos e agentes antiespumantes. A invenção aqui descrita a título ilustrativo pode ser praticada na ausência de qualquer elemento que não esteja aqui especificamente descrito.

Os exemplos que se seguem são representativos, porém de forma alguma são limitativos do âmbito desta invenção.

EXEMPLOS

15 Sinopse

As composições de engomagem da presente invenção foram preparadas de acordo com as formulações listadas na Tabela 1. Estas composições de engomagem foram usadas para preparar os fios picados também listados na Tabela 1. Os fios picados descritos na Tabela 1 foram transformados por extrusão de acordo com as formulações de transformação listadas na Tabela 2. A Tabela 2 refere-se também aos pedaços para teste dos compósitos moldados por injeção usados com o propósito de testes adicionais. Cada um dos pedaços de compósitos preparados para teste foi submetido a testes para medir propriedades tais como propriedades mecânicas de curto prazo e longo prazo, hidrólise de longo prazo, resistência

ao envelhecimento por detergentes, e coloração. Os resultados dos vários testes estão relatados nas Tabelas 3 a 6.

Exemplos (A-H, J-L) de Fibras com Fios Picados

Vários fios picados de fibra de vidro foram preparados de acordo com as formulações de engomagem da presente invenção. Os fios picados A-H e J-L foram todos produzidos em tempos diferentes. A formulação de engomagem usada com o fio picado K contém um abrillantador óptico, enquanto que a formulação de engomagem usada com o fio picado J não o contém. A Tabela 1 relata as fibras de vidro picadas e a formulação de engomagem usada na sua produção.

Tabela 1

Formulações de Engomagem Exemplificativas e os Fios Picados de Fibra de Vidro Produzidos a Partir Delas

| Fios de Fibra de Vidro Picados | Ingredientes das Formulações de Engomagem Exemplificativas | | | | Processo | Diâmetro das Fibras |
|--------------------------------|---|--------|--------------|---------|--------------|---------------------|
| | ME 91725 | A-1100 | Moldpro 1327 | BYK-024 | | |
| A, B | 4,01 | 0,92 | 1,01 | 0,009 | Cratec Plus® | 14 μ |
| C, D, E | 4,01 | 0,92 | 1,01 | 0,009 | Cratec® | 14 μ |
| F | 4,01 | 0,92 | 1,01 | 0,009 | Cratec® | 12 μ |
| G, H | 4,01 | 0,93 | 0.98 | 0,017 | Cratec Plus® | 14 μ |
| J, K | Produtos de Fios Picados Existentes no Mercado com Tamanho de Direito Exclusivo | | | | Cratec Plus® | 14 μ |
| L | | | | | Cratec® | 14 μ |

Observações:

- 1) ME 91725: Emulsão aquosa de polipropileno enxertado da Michelman, Inc.
- 15 2) A-1100: Aminossilano da OSi Specialties
- 3) Moldpro 1327: Dispersão de ácidos graxos da Witco
- 4) BYK-024: Antiespumante da BYK Chemie

- 5) Processo: Processo de produção de fios picados (tal como Cratec® ou Cratec Plus®)
- 6) Cratec®: Processo de picar em linha
- 7) Cratec Plus®: Picar em linha, e em seguida, processo de
5 enfeixamento
- 8) J: Produto de fibra de vidro picada Owens Corning 146B-14P que não incluía abrillantador óptico na sua composição de engomagem
- 9) K: Produto de fibra de vidro picada Owens Corning 146B-
10 14P que incluía abrillantador óptico na sua composição de
engomagem
- 10) L: Produto de fibra de vidro picada Owens Corning 144A-
14C
- 11) Todos ingredientes das formulações de engomagem são for-
15 necidos como partes em peso base seca.

A ordem em que os ingredientes são adicionados para fabricar a composição de engomagem pode não ser crítica. Entretanto, de preferência, 10 litros de cada formulação foram preparados adicionando primeiro uma emulsão de polipropileno enxertado com anidrido maléico à água (o diluente), e depois adicionando a mescla aquosa de ácidos graxos saturados. A mistura foi mesclada agitando por um tempo entre 5 min e 30 min, enquanto a temperatura da mistura durante a agitação foi, de preferência, mantida em aproximadamente 25 °C (76,9 °F). Depois, a mistura misturada intensamente, o agente acoplador aminossilânico foi adicionado à composição, e o teor de água foi ajustado para dar uma viscosidade entre, de preferência, cerca de 5 cP e 20 cP.

A composição de engomagem pode ser aplicada às fibras por qualquer método conhecido nessas técnicas, seja durante sua produção ou em um estágio posterior. Cada composição de engomagem foi aplicada aos fios de fibra de vidro usando um processo de rolo aplicador submerso. Neste processo, as fibras captam a composição de engomagem durante sua produção entrando em contato com a superfície de um aplicador rotativo que está submerso em um banho circulante de composição de engomagem. Portanto, a composição de engomagem é aplicada às fibras durante o processo contínuo de produção das fibras. Este tipo de processo é freqüentemente referido como processo em linha. A quantidade de composição de engomagem que é captada pelas fibras a partir da superfície do aplicador rotativo pode ser influenciada por vários fatores tais como velocidade do rolo aplicador, concentração da composição de engomagem, e pela quantidade de água borrifada durante a produção das fibras. Em um processo em linha, a composição de engomagem pode ser aplicada às fibras de diferentes diâmetros, mas a faixa de diâmetros de 9 a 27 μm é preferida, e de 11 a 17 μm é mais preferida. As composições de engomagem da presente invenção foram aplicadas a fibras com aproximadamente 12 a 14 μm de diâmetro, como indicado na Tabela 1.

A seguir, no processo de produção, as fibras são aglomeradas, para formar um fio que é picado dando fios, usando um processo de picar em linha denominado processo Cratec®, como nomeado por Owens Corning. Durante este processo, as fibras de vidro são picadas em linha usando um pi-

cador e cortadas durante sua fabricação. O comprimento picado do fio pode ser variado entre cerca de 3 mm e 25 mm. A faixa preferida do comprimento do fio picado é entre 3,5 mm e 13 mm. A faixa mais preferida do comprimento do fio picado é entre 3,5 mm e 4,5 mm. A faixa mais preferida do comprimento é também apropriada para processos de extrusão com alto cisalhamento. Os fios picados são então transportados sobre a correia para a estufa de secagem, a fim de solidificar a composição de engomagem sobre as fibras de vidro. Antes de secar, os fios picados podem ser opcionalmente enviados através do processo Cratec Plus®, como nomeado por Owens Corning, para formar feixes de fios com um tamanho apropriado para manuseio e processamento. O processo Cratec Plus® é uma extensão do processo Cratec®, no qual as fibras de vidro são picadas em linha usando o processo Cratec®, e depois processadas em um tambor rotativo, para produzir feixes de fios maiores do que aqueles obtidos no processo Cratec®. Os processos Cratec® e Cratec Plus®, e processos afins, estão descritos, por exemplo, nas patentes n°s US 5.578.535, US 5.693.378, US 5.868.982 e US 5.945.134, sendo cada uma delas aqui incorporada como referência. Na estufa de secagem, os fios picados são secados e a composição de engomagem sobre as fibras é solidificada usando fluxo de ar quente com temperatura controlada. As fibras secadas são então passadas sobre peneiras, para remover longos, pelotas felpudas, e outras matérias indesejáveis, para finalmente coletar os fios picados em uma forma mais desejável.

Formulações de Preparação (Exemplos 1-14 e Exemplos Referenciais 1-3, 2a, 3a)

Na Tabela 2, as formulações de preparação são usadas em fios picados revestidos com a formulação de engomagem da presente invenção, e em fios picados referenciais.

Tabela 2

Formulações de Preparação para Extrusão, Usando Fibras Picadas Revestidas com Composições de Engomagem Exemplificativas

| Pelotas Formuladas par Extru- são | Fio Picado, 30% em peso | Resina da Matriz de PP, 70% em peso | Agente Aco- plador, 2% em peso | Antioxidan- te, 1% em peso | Pigmento, 3% em peso |
|---|----------------------------|--|--------------------------------------|----------------------------------|-------------------------|
| Exemplos 1, 2, 3, 4, 5, 6 | A, B, C, D, E, F | KF 6100 | PB 3200 | HP 2225 | |
| Exemplos 7, 8, 9, 10, 11, 12 | A, B, C, D, E, F | KF 6100 | PB 3200 | HP 2225 | Sachtolith HDS |
| Exemplos 13,14 | G, H | KF 6100 | PB 3200 | HP 2225 | |
| Ref. 1, 2, 3 | J, K, L | KF 6100 | PB 3200 | HP 2225 | |
| Ref. 2a, 3a | K, L | KF 6100 | PB 3200 | HP 2225 | Sachtolith HDS |

Observações:

- 1) Mesma nomenclatura, como descrito para as amostras extrudadas na Tabela 2, é usada para as amostras de teste moldadas por injeção que são submetidas a vários testes
- 10 2) As concentrações percentuais em peso do agente acoplador, antioxidante e pigmento baseiam-se no peso total do vidro e resina da matriz de polipropileno (PP)

- 3) KF 6100: Resina da matriz de PP homopolimérica Moplen KF6100, disponível na Basell
- 4) PB 3200: Agente acoplador disponível comercialmente na Uniroyal
- 5) 5) HP 2225: Antioxidante HP2225 grau comercial, disponível na Ciba Specialty Chemicals
- 6) Sachtolith HDS: pigmento de ZnS grau comercial, disponível na Sachtleben Chemie
- 7) Exemplos 1, 2, 3, 4, 5, 6: correspondem respectivamente aos fios picados A, B, C, D, E, F usados
- 10 8) Exemplos 7, 8, 9, 10, 11, 12: correspondem respectivamente aos fios picados A, B, C, D, E, F usados
- 9) Ref. 1, 2, 3: correspondem respectivamente aos fios picados J, K, L usados
- 15 10) Ref. 2a, 3a: correspondem respectivamente aos fios picados K, L usados.

Nas modalidades da Tabela 2, 30% em peso de fios secos picados são combinados com 70% em peso de resina matricial de polipropileno, em uma extrusora de parafuso duplo do tipo ZSK 30/2 da Werner & Pfleiderer, para formar pelotas compostas. Durante a preparação para extrusão, um agente acoplador, tal como Polybond PB 3200 da Uniroyal, pode ser opcionalmente combinado e misturado com a resina da matriz do polímero, para melhorar o desempenho final do compósito. Este agente acoplador pode ser misturado durante a preparação com a matriz de resina, usando 0,1% a 10% de agente acoplador em peso, baseado no peso total do vidro e da resina da matriz, de preferência, 0,3% a 5%, e mais preferi-

velmente, 0,5% a 3% em peso. Além disso, durante a preparação da formulação para extrusão, vários tipos de antioxidantes, tais como os baseados em fenólicos, fosfitos ou lactona, podem ser combinados e misturados com a resina da matriz, para um ótimo desempenho do compósito. Estes antioxidantes podem ser formulados usando 0,1% a 3% de antioxidante em peso, baseado no peso total da mistura de vidro e resina da matriz, de preferência 0,3% a 2% em peso, e mais preferivelmente, 0,5% a 1% em peso. Os antioxidantes tais como HP 5 2215 e HP 2225 da Ciba Specialty Chemicals podem ser usados nas formulações preparatórias porque estes antioxidantes baseiam-se em combinações de antioxidantes baseados em fenólicos, fosfitos e lactona, oferecendo desta forma um efeito 10 mais balanceado no controle da degradação térmica, especialmente durante o processamento. Opcionalmente, para pigmentar as pelotas, um aditivo compensador de cor, tal como ZnS 15 (um pigmento branco disponível sob a denominação comercial "Sachtolith HDS" da Sachtleben Chemie), pode ser misturado com a resina da matriz, na faixa entre 0,05% e 10% em peso 20 de pigmento, baseado no peso total da mistura de vidro e resina da matriz, de preferência 0,1% a 5% em peso, e mais preferivelmente, 0,5% a 3% em peso.

Subseqüentemente, as pelotas formuladas de extrusão são alimentadas para dentro de um equipamento de moldagem padrão apropriado, para formar as peças compósitas. Em 25 uma modalidade da presente invenção, a moldagem é feita usando uma máquina de moldagem por injeção Demag D80 (disponível na Demag Hamilton Plastics Ltd.), para produzir amos-

tras de compósitos para teste que foram usadas para medir o desempenho dos compósitos. Assim sendo, cada uma das pelotas formuladas de extrusão da Tabela 2 foi moldada adicionalmente em pedaços de compósito para teste por moldagem por 5 injeção padrão. Portanto, todos os pedaços finais de compósitos moldados por injeção referem-se ao mesmo número e nomenclatura, como mencionado na Tabela 2.

Testes:

As peças de compósitos resultantes foram então 10 testadas para medir certas características físicas, inclusive resistência à tração, resistência a impacto Izod e Charpy, fadiga sob tensão, e deformação sob tensão. As peças foram testadas também para estimular envelhecimento, testando as peças quanto à resistência à hidrólise e detergentes. Os resultados dos vários testes estão relatados nas 15 Tabelas 3 a 6.

Desempenho Mecânico de Curto Prazo e Coloração:

(Exemplos 1-12, Ref. 1-3, Ref. 2a, 3a):

Os resultados relatados na Tabela 3 são as medições do desempenho mecânico de curto prazo (seco conforme 20 moldado), tal como resistência à tração e resistência a impacto, bem como medições referentes à cor para os pedaços moldados do compósito, de acordo com os Exemplo 1-12, Ref. 1-3, e Ref. 2a e 3a.

Tabela 3

Desempenho Mecânico de Curto Prazo (Seco como Moldado) e Desempenho de Cor de Compósitos de Polipropileno com 30% em Peso de Fibra de Vidro

| DESEMPEÑO MECÂNICO DE CURTO PRAZO | Ref 1 | Ref 2 | Ref 3 | Exemplo 1 | Exemplo 2 | Exemplo 3 | Exemplo 4 | Exemplo 5 | Exemplo 6 |
|---|--------|--------|-----------|-----------|-----------|------------|------------|------------|-----------|
| Resistência à tração na ruptura (MPa) | 92,82 | 94,85 | 89,56 | 94,71 | 93,63 | 93,81 | 95,01 | 95,94 | 98,55 |
| Izod entalhado (kJ/m ²) | 50,36 | 52,43 | 44,74 | 52,19 | 53,07 | 51,54 | 53,72 | 53,43 | 53,61 |
| Izod entalhado (kJ/m ²) | 12,35 | 13,15 | 12,23 | 12,82 | 12,91 | 12,88 | 12,78 | 12,67 | 12,76 |
| Charpy não entalhado (kJ/m ²) | - | 44,30 | 35,38 | 45,98 | 44,61 | 45,61 | 44,34 | 39,32 | 45,90 |
| Cor | | | | | | | | | |
| L | 75,5 | 74,92 | 75,62 | 70,1 | 71,3 | 72,4 | 74,4 | 74,4 | 74,8 |
| a* | -4,1 | -3,65 | -3,96 | -2,3 | -2,8 | -2,9 | -2,9 | -2,9 | -3 |
| b* | 9,9 | 6,6 | 4,1 | 4,4 | 3,9 | 3,9 | 4,1 | 4,5 | 3,9 |
| DESEMPEÑO MECÂNICO DE CURTO PRAZO | Ref 2a | Ref 3a | Exemplo 7 | Exemplo 8 | Exemplo 9 | Exemplo 10 | Exemplo 11 | Exemplo 12 | |
| Resistência à tração na ruptura (MPa) | 86,99 | 86,68 | 90,98 | 91,87 | 91,43 | 91,67 | 93,54 | 95,17 | |
| Izod não entalhado (kJ/m ²) | 48,24 | 40,78 | 51,01 | 47,90 | 50,73 | 49,43 | 49,96 | 51,90 | |
| Izod entalhado (kJ/m ²) | 13,24 | 11,89 | 12,03 | 12,39 | 12,26 | 12,29 | 12,49 | 12,07 | |
| Charpy não entalhado (kJ/m ²) | 41,5 | 34,05 | 43,57 | 44,04 | 40,68 | 40,31 | 42,21 | 43,44 | |
| Cor | | | | | | | | | |
| L | 92,84 | 93,14 | 92,8 | 92,8 | 92,7 | 92,9 | 93,1 | 93,4 | |
| a* | -1,91 | -1,9 | -1,4 | -1,7 | -1,7 | -1,7 | -1,7 | -1,8 | |
| b* | 4,14 | 2,96 | 3,6 | 3,1 | 3,1 | 3,4 | 3,4 | 3 | |

A resistência à tração é uma medida da resistência quando uma força de alongamento é aplicada, e foi medida usando uma máquina de teste universal da Zwick, de acordo com o método ISO 3268, e os resultados estão relatados em 5 MPa. O teste de impacto foi conduzido usando a máquina de teste de impacto da Zwick. A resistência ao impacto IZOD, medida em kJ/m^2 , é uma medida do grau de força de impacto que o compósito pode suportar, e foi medida de acordo com o Método ISO 179/1D em espécimes não entalhados, e de acordo 10 com o Método ISO 180 em espécimes entalhados (que foram entalhados em 2 mm). A resistência Charpy também é uma medida de resistência ao impacto e foi medida como resistência em kJ/m^2 . A resistência Charpy é medida de acordo com o Método ISO 179/D.

15 A cor das amostras de compósitos foi quantificada usando o medidor de cor Minolta CIELab, equipado com o software ChromaControll. Quando se mediou a cor, usou-se pedaços moldados com formato de disco. A cor foi determinada em termos de brancura (relatado como um valor "L"), coloração 20 vermelha-verde (relatada com um valor " a^* "), e coloração azul-amarelo (relatado como um valor " b^* "). Um valor de "L" mais alto indica coloração mais branca ou mais clara do pedaço do teste com refletância mais alta. Um valor de " a^* " positivo mais alto indica mais vermelho no pedaço do teste, 25 e um valor de " a^* " negativo mais alto indica mais verde no pedaço do teste.

Similarmente, um valor " b^* " positivo mais alto indica mais amarelo no pedaço de teste, e um valor " b^* " nega-

tivo mais alto indica mais azul no pedaço do teste. Para atingir brancura ou combinar qualquer cor, aditivos compensadores de cor são comumente adicionados. Entretanto, estes aditivos compensadores levam à formação de cores complexas, 5 tornando muito difícil, moroso e mais oneroso combinar a cor da peça de compósito final. Por exemplo, para ocultar ou mascarar a cor amarela de uma peça que tem um valor " b^* " alto, uma cor compensadora azul, usando um agente azulador, pode ser adicionada para deslocar os valores " b^* " para um 10 valor mais baixo. O agente azulador pode mudar também o valor " a^* " original, resultando em uma coloração indesejável. Estes aditivos compensadores de cor não são necessários, mas podem ser usados com a presente invenção.

No caso de formulações de preparações de extrusão 15 não pigmentadas, cada um dos compósitos nos Exemplo 1-6 foi comparado com as amostras de compósitos Ref. 1, Ref. 2 e Ref. 3. No caso de formulações de preparações de extrusão pigmentada, cada um dos compósitos nos exemplos 7 - 12 foi comparado com as amostras de compósitos Ref. 2a e Ref. 3a. 20 Os resultados dos testes estão relatados na Tabela 3.

Desempenho de Envelhecimento de Longo Prazo:

Teste de Hidrólise e Teste com Detergente (Exemplos 1-6, 13, 14 e Ref. 2 e Ref. 3):

O teste de resistência à tração foi realizado nos 25 Exemplos 1-6, 13 e 14, e Ref. 2 e Ref. 3, depois que eles tinham sido submetidos a condições hidrolíticas e detergentes. Estas condições pretendiam simular as condições de envelhecimento por hidrólise e detergente que podem ser expe-

rimentadas por uma peça do tambor de uma lavandeira ou de uma máquina de lavar roupa. Nesta situação, a resistência a úmido e a retenção máxima das propriedades do compósito por um período extenso em temperatura elevada são desejáveis.

5 Para aproximar as condições à resistência ao envelhecimento por detergente, as amostras de cada compósito que foram molhadas de acordo com a formulação dos Exemplos 1-6, e Ref. 2 e Ref. 3, foram imergidas em um banho contendo uma solução a 1% de detergente que foi mantida em uma temperatura de cerca

10 de 94 °C (201,2 °F) por até 30 dias. A solução de detergente foi trocada a cada dia.

Similarmente, para a preparação de amostras para medir a resistência ao envelhecimento por hidrólise, as amostras de cada compósito, moldado de acordo com os Exemplos 13 e 14, e Ref. 3 e Ref. 3, foram imergidas em um banho de água e mantidas em uma temperatura de cerca de 94 °C (201,2 °F). No teste de detergente e também no de hidrólise, as amostras foram removidas em intervalos de 1, 3, 5, 10, 20 e 30 dias, em cuja tempo a resistência à tração de

15 cada amostra foi medida. Os resultados da resistência ao envelhecimento por detergente, do teste da resistência à tração e a resistência a impacto, estão registrados na Tabela 4. Os resultados da resistência ao envelhecimento por hidrólise, teste da resistência à tração, teste da resistência à tração e resistência a impacto, estão relatados na Tabela 5.

Tabela 4

Desempenho Quanto ao Envelhecimento por Detergente de Longo Prazo de Compósitos de Polipropileno com 30% em Peso de Fibra de Vidro

| DESEMPEÑHO MECÂNICO DE CURTO PRAZO | | | | | | | | | | Exemplo 5 | | | | Exemplo 6 | | | |
|---|-------------------------------------|-------------------|-----------------|--------|----------------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|-----------------|
| Resis- tência à Tração na Rup. e Reten- ção % da Prop. nen- to | Envelhe- cimento | Ref 2 | | Ref 3 | | Exemplo 1 | | Exemplo 2 | | Exemplo 3 | | Exemplo 4 | | Exemplo 5 | | Exemplo 6 | |
| | | MPa | Reten- ção % | MPa | Re- ten- ção % | MPa | Reten- ção % |
| 0 | 94,85 | 100,00 | 89,56 | 100,00 | 94,71 | 100,00 | 93,63 | 100,00 | 93,81 | 100,00 | 95,01 | 100,00 | 95,94 | 100,00 | 98,55 | 100,00 | |
| 1 | 92,35 | 97,26 | - | - | 93,30 | 98,51 | 92,42 | 98,70 | 92,54 | 98,65 | 93,32 | 98,23 | 93,96 | 97,94 | 96,58 | 98,00 | |
| 3 | 85,43 | 90,07 | - | - | 89,69 | 94,70 | 89,89 | 96,00 | 89,02 | 94,90 | 89,36 | 94,05 | 89,41 | 93,19 | 92,44 | 93,79 | |
| 5 | 83,92 | 88,48 | - | - | 86,12 | 96,16 | 87,37 | 92,25 | 89,28 | 95,36 | 88,14 | 93,96 | 88,07 | 92,69 | 88,22 | 91,95 | 90,66 |
| 10 | 80,72 | 85,10 | - | - | 82,88 | 92,54 | 84,95 | 89,69 | 85,44 | 91,25 | 85,21 | 90,83 | 85,29 | 89,77 | 84,46 | 88,03 | 86,32 |
| 30 | 74,70 | 78,76 | - | - | 80,73 | 85,24 | 79,58 | 84,99 | 79,74 | 85,00 | 77,65 | 81,73 | 78,32 | 81,63 | - | - | - |
| Charpy não En- talhado e Retenção Percentu- al Proprie- dade após Envelhe- cimento | Dias de Enve- lhecimen- to | kJ/m ² | Reten- ção % | | | kJ/m ² | Reten- ção % |
| 0 | 44,30 | 100,00 | - | - | 45,98 | 100,00 | 44,61 | 100,00 | 45,61 | 100,00 | 44,24 | 100,00 | 39,32 | 100,00 | 45,90 | 100,00 | |
| 1 | 37,88 | 85,51 | - | - | 39,72 | 86,40 | 39,30 | 88,10 | 41,14 | 90,21 | 35,93 | 81,03 | 36,85 | 93,73 | 37,31 | 81,28 | |
| 3 | 29,29 | 66,21 | - | - | 33,00 | 71,77 | 34,28 | 76,84 | 32,58 | 71,44 | 31,57 | 71,19 | 32,04 | 81,49 | 31,93 | 69,57 | |
| 5 | 28,77 | 64,94 | - | - | 30,88 | 67,18 | 32,10 | 71,96 | 32,80 | 71,93 | 29,82 | 67,26 | 31,25 | 79,48 | 31,39 | 68,39 | |
| 10 | 24,26 | 54,78 | - | - | 28,67 | 62,37 | 29,19 | 65,44 | 27,05 | 59,31 | 25,07 | 56,54 | 27,90 | 70,96 | 27,51 | 59,94 | |
| 30 | 21,88 | 49,39 | - | - | 28,35 | 61,67 | 25,81 | 57,86 | 25,66 | 56,27 | 24,11 | 54,37 | 23,42 | 59,56 | 23,02 | 50,14 | |

Tabela 5

Desempenho Quanto ao Envelhecimento por Detergente de Longo Prazo de Compósitos de Polipropileno com 30% em Peso de Fibra de Vidro

| DESEMPENHO MECÂNICO DE CURTO PRAZO | | Ref 2 | | Ref 3 | | Exemplo 13 | | Exemplo 14 | |
|--|------------------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|
| Resistência à Tração na Rup. e Retenção % da Prop. após Envelhecimento | Dias de Envelhecimento | MPa | Retenção % |
| Prop. após Envelhecimento | 0 | 92,74 | 100,00 | 91,32 | 100,00 | 96,09 | 100,00 | 95,33 | 100,00 |
| | 5 | 91,54 | 98,71 | 89,99 | 98,54 | 96,70 | 100,63 | 95,13 | 99,79 |
| | 10 | 90,23 | 97,29 | 88,87 | 97,32 | 94,67 | 98,53 | 93,63 | 98,22 |
| | 20 | 83,00 | 89,50 | 85,32 | 93,43 | 91,13 | 94,84 | 91,13 | 95,59 |
| Champeamento e Entalhamento | Dias de Envelhecimento | kJ/m ² | Retenção % |
| Percentual da Propriedade após Envelhecimento | 0 | 44,30 | 100,00 | 35,13 | 100,00 | 44,13 | 100,00 | 44,61 | 100,00 |
| | 5 | 35,71 | 80,35 | 26,70 | 76,00 | 36,25 | 82,15 | 37,11 | 83,18 |
| | 10 | 32,23 | 72,52 | 25,88 | 73,66 | 33,79 | 76,88 | 34,01 | 76,23 |
| | 20 | 28,70 | 64,57 | 23,23 | 66,12 | 32,20 | 72,98 | 32,15 | 72,06 |

Desempenho Mecânico de Longo Prazo:Deformação e Fadiga sob Tensão (Exemplos 13, Ref. 2e Ref. 3) :

Para medir o desempenho mecânico de longo prazo, 5 os testes de fadiga sob tensão e deformação sob tensão foram realizados nos Exemplos 13, Ref. 2 e Ref. 3. Os resultados estão relatados na Tabela 6. Os resultados na Tabela 6 relatam os valores absolutos, bem como o desempenho percentual relativo apresentado por um exemplo da presente invenção, 10 comparado com as amostras Ref. 2 e Ref. 3. O teste foi realizado da seguinte maneira:

Equipamento:

Usou-se uma máquina de teste servo-hidráulica Instron 1331 com grampos em uma câmara ambiental Thermotron, 15 para condicionar os espécimes moldados a 80 °C (176 °F). O teste foi controlado pelo software Instron MAX que roda um PC (computador pessoal) compatível com IBM.

Método:

A deformação sob tensão é medida colocando uma 20 barra moldada afunilada em uma máquina servo-hidráulica Instron 1331, com controle de carga, usando um nível médio fixo de 120 kg, e uma amplitude de zero. A temperatura elevada é de 80 °C (176 °F). Tirou-se a média do tempo para avaria (horas até ruptura por deformação) para três espécimes.

A fadiga é medida colocando o espécime na máquina 25 servo-hidráulica Instron, com controle de carga, usando uma forma de onda senoidal. A relação de tensão mínima para máxima em cada ciclo é 0,05. A freqüência do teste é 6 Hz.

Três níveis de tensão foram escolhidos freqüentemente, 57,92, 61,36 e 68,95 MPa (8.400, 8.900 e 10.000 lb/in²). Para os pedaços de compósito da presente invenção, uma carga de cerca de 57,92 MPa (8.400 lb/in²) é usada. Tirou-se a 5 média de ciclos até avaria para três espécimes.

Tabela 6

Desempenho Mecânico de Longo Prazo de Compósitos de Polipropileno com 30% em Peso de Fibra de Vidro

| | Ref 2 | Ref 3 | Exemplo 13 | Aperfeiçoamento (%) da Invenção sobre | |
|---|-------|-------|------------|---------------------------------------|--------|
| | | | | Ref 2 | Ref 3 |
| Ciclos de Fadiga sob Tensão até Avaria (57,92 MPa) | 2,34 | 1,26 | 3,17 | 35,47 | 151,59 |
| Horas até Avaria por Deforação sob Tensão (120 kg, 80 °C) | 3,9 | 0,7 | 5,1 | 30,77 | 628,57 |

Sumário dos Resultados:

Como observado na Tabela 3, as amostras de compósitos fabricadas com a composição de engomagem da presente invenção nas formulações de preparação não pigmentadas apresentam propriedades mecânicas (por exemplo, resistência à tração, resistência a impacto) de curto prazo (seco conforme moldado), muito mais desejáveis, comparado com as amostras de compósitos referenciais Ref 1 e Ref 3, embora elas sejam similares a Ref 2.

Nas formulações de preparação pigmentadas, as amostras de compósitos fabricadas com a composição de engomagem da presente invenção apresentam propriedades mecânicas de curto prazo mais desejáveis, comparado com Ref 2a e Ref 5 3a. O menor desempenho mecânico de curto prazo é medido para Ref 3a, nas formulações de preparação pigmentadas bem como não pigmentadas.

Nas formulações de preparação não pigmentadas, as amostras de compósitos fabricadas com a composição de engo-10 magem da presente invenção têm valores de "a*" e "b*" mais baixos, indicando mais coloração neutra para Ref 1, Ref 2 e Ref 3. Nas formulações de preparação pigmentadas, os compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção têm melhor brancura, comparado com Ref 2a, mas são 15 similares a Ref 3a. As amostras de compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção e fibras de 12 μm apresentam maior resistência à tração do que quaisquer compósitos fabricados com fibras de 14 μm .

Como indicado na Tabela 4, os compósitos fabricados usando a composição de engomagem da presente invenção apresentam melhor resistência ao envelhecimento e a detergentes de longo prazo, comparado com os compósitos referenciais. Como se pode observar pelos resultados, os compósitos fabricados usando a composição de engomagem da presente invenção têm valores absolutos mais altos para tenacidade inicial e tenacidade após envelhecimento por detergente de 25 até 30 dias quando comparado com os referenciais Ref 2 e Ref 3. Além disso, os compósitos fabricados usando a composição

de engomagem da presente invenção retêm uma porcentagem mais alta da sua resistência mecânica inicial por até 30 dias quando comparado com os referenciais Ref 2 Ref 3. Assim sendo, depois de 30 dias de envelhecimento com detergente, 5 até 85% da resistência à tração inicial e até 62% da resistência ao impacto inicial (Charpy não entalhado) foram conservados pelo compósito fabricado usando a composição de engomagem da presente invenção. Entretanto, somente cerca de 79% da resistência à tração inicial e cerca de 49% da resistência ao impacto inicial foram conservados por Ref 2 durante o mesmo período de 30 dias.

Similarmente, como observado a partir dos resultados na Tabela 5, os compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção apresentam valores absolutos mais altos de tenacidade inicial e resistência após envelhecimento por hidrólise de até 20 dias quando comparado com os referenciais Ref 2 e Ref 3. Além disso, os compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção retêm uma porcentagem mais alta da sua resistência mecânica inicial após o teste de envelhecimento por hidrólise por até 20 dias quando comparado com os referenciais Ref 2 e Ref 3. Assim sendo, depois de 20 dias do teste de envelhecimento por hidrólise, até 96% da resistência à tração original e até 73% da resistência ao impacto original 15 (Charpy não entalhado) foram conservados pelos compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção. Entretanto, somente 90% e 93% da resistência à tração original puderam ser conservados por Ref 2 e Ref 3, respec-

tivamente, e somente 65% e 66% da resistência ao impacto original puderam ser retidos por Ref 2 e Ref 3, respectivamente.

Os resultados do desempenho mecânico de longo prazo para os compósitos estão relatados na Tabela 6. Como se pode observar a partir dos resultados, fica evidente que os compósitos fabricados com a composição de engomagem da presente invenção proporcionam um grande aperfeiçoamento, tanto no desempenho de fadiga sob tensão como no de deformação sob tensão em relação a Ref 2 e Ref 3. Assim sendo, no caso de fadiga sob tensão, o aperfeiçoamento percentual do desempenho mecânico de longo prazo para o compósito fabricado com a composição de engomagem da presente invenção foi de 35% em relação a Ref 2 e de 152% em relação a Ref 3. Similarmente, no caso da deformação sob tensão, o aperfeiçoamento percentual do desempenho mecânico de longo prazo para o compósito fabricado com a composição de engomagem da presente invenção foi de 31% em relação a Ref 2 e de 629% em relação a Ref 3.

Assim sendo, as peças de compósito fabricadas usando as fibras revestidas com a composição de engomagem da presente invenção proporcionam melhores propriedades mecânicas de curto prazo, melhores propriedades mecânicas de longo prazo, maior resistência ao envelhecimento por detergente e hidrólise, retenção mais alta de tenacidade inicial após envelhecimento, e melhor coloração.

Acredita-se que a presente invenção inclui muitas outras modalidades que não estão aqui especificamente descritas. Conseqüentemente, esta descrição não deve ser tida

como estando limitada aos exemplos precedentes ou às modalidades preferidas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de engomagem minimamente descolorante para revestir materiais fibrosos reforçadores, **CARACTERIZADA** pelo fato de que consiste essencialmente de:

5 uma emulsão de poliolefina enxertada, sendo que a poliolefina enxertada inclui pelo menos um grupo funcional reativo selecionado no grupo que consiste de anidrido de ácido, ácido carboxílico, hidroxila, amino, amida, éster, isocianato, ligações duplas e epóxi;

10 dois ou mais ácidos graxos saturados de C₈-C₃₆; e um ou mais agentes acopladores silânicos, incluindo pelo menos um grupo funcional selecionado no grupo que consiste de amino, epóxi, éster, vinila, alquila, metacrilóxi, ureido, isocianato, e siloxano.

15 2. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a emulsão compreende um solvente aquoso.

20 3. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a poliolefina enxertada compreende um homopolímero de polipropileno ou um copolímero estatístico de propileno e etileno.

25 4. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a poliolefina enxertada compreende uma parte enxertada selecionada no grupo que consiste de anidrido de ácido, ácido carboxílico, hidroxila, amino, amida, éster, isocianato, ligações duplas e epóxi.

5. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a composição de engomagem é sem um aditivo compensador de cor.

6. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a poliolefina enxertada tem um nível de graftização entre cerca de 0,05% e cerca de 15% em peso, baseado no peso total da poliolefina enxertada.

7. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que os ácidos graxos saturados compreendem dois ou mais ácidos graxos saturados selecionados no grupo que consiste de ácido mirístico, ácido palmítico, ácido pentadecanóico, ácido margérico, ácido esteárico, ácido beênico e ácido sebácico.

8. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que os ácidos graxos saturados compreendem uma mistura aquosa de ácido palmítico, ácido sebácico e ácido esteárico.

9. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a emulsão compreende uma poliolefina enxertada que compreende uma emulsão de um polipropileno enxertado com anidrido maléico.

10. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que o agente acoplador silânico é um agente acoplador aminossilânico.

11. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que compreende ainda um agente antiespumante.

12. Composição de engomagem, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que tem uma viscosidade entre cerca de 8 cPs e cerca de 150 cPs.

13. Fibra de vidro, fibra de polímero ou mistura 5 das mesmas **CARACTERIZADAS** pelo fato de serem revestidas com a composição de engomagem conforme definida na reivindicação 1.

14. Compósito **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende a fibra de vidro, fibra de polímero ou mistura das 10 mesmas, conforme definido na reivindicação 13.

15. Método para fabricar um material fibroso reforçador minimamente descolorante, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

a) preparar uma composição de engomagem que consiste essencialmente de:

uma emulsão de poliolefina enxertada, sendo que a poliolefina enxertada inclui pelo menos um grupo funcional reativo selecionado no grupo que consiste de anidrido de ácido, ácido carboxílico, hidroxila, amino, amida, éster, isocianato, ligações duplas e epóxi,

dois ou mais ácidos graxos saturados de C₈-C₃₆, e um ou mais agentes acopladores silânicos, incluindo pelo menos um grupo funcional selecionado no grupo que consiste de amino, epóxi, éster, vinila, alquila, metacrilóxi, ureido, isocianato e siloxano;

b) colocar uma pluralidade de filamentos de um material fibroso reforçador em contato com a composição de engomagem; e

c) deixar a composição de engomagem solidificar sobre as superfícies da pluralidade de filamentos, para formar um material fibroso reforçador substancialmente não descolorante.

5 16. Método, de acordo com a reivindicação 15,
CARACTERIZADO pelo fato de que a etapa de colocar em contato compreende colocar os ditos filamentos em contato com a composição de engomagem imediatamente depois que eles são formados continuamente a partir de uma bucha formadora de fi-
10 bras.

17. Método para fabricar um compósito reforçado com fibra, tendo mínima descoloração, **CARACTERIZADO** pelo fa-
to de que compreende:

15 a) aplicar uma formulação de engomagem substancialmente não descolorante que consiste essencialmente de uma emulsão de poliolefina enxertada, sendo que a poliolefina enxertada inclui pelo menos um grupo funcional reativo selecionado no grupo que consiste de anidrido de ácido, ácido carboxílico, hidroxila, amino, amida, éster, isocianato, li-
20 gações duplas e epóxi, como uma emulsão,

dois ou mais ácidos graxos saturados de C₈-C₃₆, e
um ou mais agentes acopladores silânicos, incluin-
do pelo menos um grupo funcional selecionado no grupo que
consiste de amino, epóxi, éster, vinila, alquila, metacriló-
25 xi, ureido, isocianato e siloxano, sobre as superfícies de
material fibroso reforçador, para formar um material fibroso
reforçador engomado; e

b) formular e moldar o material fibroso reforçador engomado com uma resina matricial, para formar um compósito reforçado com fibra, tendo mínima descoloração.

18. Método, de acordo com a reivindicação 17,

5 **CARACTERIZADO** pelo fato de que a resina da matriz é selecionada no grupo que consiste de poliolefinas, poliésteres, poliamidas, poliacrilmidas, poliimidas, poliéteres, poliéteres vinílicos, poliestirenos, polióxidos, policarbonatos, polissiloxanos, polissulfonas, polianidridos, poliimininas, 10 epóxi, poliacrílicos, poliésteres vinílicos, poliuretana, resinas maléicas, resinas uréicas, resinas melamínicas, resinas fenólicas, e resinas furânicas, suas mesclas, ligas e misturas.

19. Método, de acordo com a reivindicação 17,

15 **CARACTERIZADO** pelo fato de que a etapa de formular e moldar o material fibroso reforçador engomado é selecionada entre moldagem por extrusão, moldagem por compressão e moldagem por injeção.

20. Método, de acordo com a reivindicação 17,

20 **CARACTERIZADO** pelo fato de que o compósito comprehende ainda uma poliolefina como uma resina matricial.

21. Método, de acordo com a reivindicação 17,

CARACTERIZADO pelo fato de que o compósito comprehende um segundo agente acoplador.

RESUMO

"COMPOSIÇÃO DE ENGOMAGEM, FIBRA DE VIDRO, FIBRA DE POLÍEMRO, COMPÓSITO, MÉTODO PARA FABRICAR UM MATERIAL FIBROSO REFORÇADO, E MÉTODO PARA FABRICAR UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA"
5

Descreve-se uma composição de engomagem e um método para fabricar a mesma, a qual é apropriada para uso na fabricação de compósitos reforçados com fibra, os quais têm propriedades desejáveis tais como alta tenacidade, alta resistência à degradação por água e detergente, e melhor coloração. Isso é conseguido em parte pela boa adesão da composição de engomagem às fibras reforçadoras e à matriz polimérica. A composição de engomagem inclui uma emulsão que tem uma poliolefina enxertada, dois ou mais ácidos graxos saturados, e um ou mais agentes acopladores silânicos. Quando os materiais fibrosos reforçadores de acordo com a invenção são usados em um processo de moldagem, os compósitos resultantes apresentam descoloração mínima
10
15