



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

(21) **PI0615844-7 A2**

(22) Data de Depósito: 17/08/2006  
(43) Data da Publicação: 31/05/2011  
(RPI 2108)



\* B R P I 0 6 1 5 8 4 4 A 2 \*

**(51) Int.Cl.:**

C08G 65/336 2006.01  
C08G 65/48 2006.01  
C08G 18/83 2006.01  
C08G 18/10 2006.01  
C08G 18/71 2006.01  
C09D 175/04 2006.01  
C09J 175/04 2006.01  
C09K 3/10 2006.01  
B01J 19/24 2006.01

(54) Título: **PROCESSO PARA A PRODUÇÃO CONTÍNUA DE RESINA SILILADA**

(30) Prioridade Unionista: 14/09/2005 US 11/226.694

(73) Titular(es): MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC.

(72) Inventor(es): JOHN P. BANEVICIUS, MISTY HUANG

(74) Procurador(es): Nellie Anne Daniel Shores

(86) Pedido Internacional: PCT US2006032104 de 17/08/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/037824 de 05/04/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO CONTÍNUA DE RESINA SILILADA Um processo para a produção contínua de pré-polímero sililado inclui introduzir continuamente uma quantidade pré-determinada de um poliál em pelo menos uma zona de reação; continuamente introduzir um agente de sililação em pelo menos uma zona de reação; continuamente reagir o poliál sob condições reacionais de temperatura e tempo suficientes para produzir uma resina de pré-polímero sililado; e, continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.

# "PROCESSO PARA A PRODUÇÃO CONTÍNUA DE RESINA SILI- LADA"

## ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Esta invenção se refere a um processo contínuo pa-  
5 ra prepara de resina de poliuretana modificada de silano e  
então, se requerido, diretamente alimentar em um processo de  
composição contínuo para fabrica um selan-  
te/adeseivo/revestimento em uma linha de produção.

O método convencional de fabricação de pré-  
10 polímeros de poliuretano modificados de alcóxissilano é rea-  
gir polióis com materiais de isocianato em batelada em tem-  
peraturas elevadas. A desvantagem deste método bem conheci-  
do é tempo de caldeira prolongada. Outra desvantagem é di-  
fícil controle de reações laterais indesejáveis que aumentam  
15 viscosidade. Outra desvantagem é graduação difícil de pe-  
quenas unidades para unidades de produção maiores.

O que necessário é um processo contínuo para fa-  
brica o resina de poliuretano modificado de silano e então  
também possivelmente alimenta-la diretamente em um processo  
20 de composição para fabrica vários produtos tal como selan-  
tes/adeseivos/revestimentos em uma linha de produção.

## SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Fornecido aqui é um processo para a produção con-  
tínua de pré-polímero de sililado. O processo compreende:  
25 (a) continuamente introduzir uma quantidade pré-determinada  
de um poliol em pelo menos uma zona de reação; (b) continua-  
mente introduzir um agente de sililação na pelo menos uma  
zona de reação; (c) continuamente reagir o poliol sob condi-

ções de reação de tempo e temperatura suficiente para produzir uma resina de pré-polímero sililado; e, (d) continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.

## 5 DESCRIÇÃO BREVE DOS DESENHOS

Várias modalidades da invenção são descritas abaixo com respeito aos desenhos onde:

FIGURA 1 é uma ilustração de diagramática de uma modalidade do processo da invenção; e

10 FIGURA 2 é uma ilustração de diagramática de outra modalidade do processo da invenção.

## DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

O processo e unidade descrita aqui são úteis para preparação do pré-polímeros feito de polióis, cadeia prolongada ou não, com modificadores de silano. Os polióis têm  
15 peso molecular médio (Mn) a acima cerca de 1000. Os modificadores de silano selecionados aqui contêm grupos funcionais que podem reagir com ou grupos ou isocianato ou hidróxi. Os prolongadores de cadeia empregados podem ser diisocianatos  
20 alifático ou aromático. Os catalisadores são opcionais. Todas as porcentagens ou partes da composição são em peso a menos que indicado de outro modo.

Os pré-polímeros produzidos podem ser continuamente alimentados na seguida unidade para fabrica selantes, adesivos ou revestimentos.  
25

A unidade descrita nesta invenção é um processo contínuo consistindo em bombas de medição e tubulação que libera os ingredientes para um reator contínuo onde os in-

gredientes são misturados, aquecidos, fornecido tempo & mistura para permitir reações, então resfriado e descarregado para armazenamento do produto, ou alimentados para outra unidade para fabrica um produto composto tal como selantes, adesivos, ou revestimentos. Em uma modalidade da invenção as correntes de alimento múltiplas são empregadas para liberar os reagentes para um ou mais tubos de reator disposto em série em serie em estágios selecionados do processo.

Em uma modalidade da invenção o poliol reagiu com um poliisocianato, o produto de poliuretano desta reação sendo depois capeado na extremidade com um agente de sililação tal como um aminossilano ou um isocianatossilano. Em uma modalidade que um excesso de poliol é empregado de modo que o poliuretano seja terminado com grupos hidróxila. Neste caso o agente de sililação de capeamento de extremidade é um isocianatossilano. Em outra modalidade um excesso de poliisocianato é empregado tal que o poliuretano resultante seja terminado com grupos isocianato. Neste caso o amonosilano é preferido. Em cada destas modalidades o agente de sililação é adicionado à zona de reação em uma corrente separada a jusante do ponto de entrada do poliol e poliisocianato para permitir uma quantidade apropriada de tempo para a reação de polimerização para prosseguir antes de um sobresalto.

Entretanto, o uso do poliisocianato é opcional. Em outra modalidade da invenção o poliol é reagido com um isocianatossilano para produzir um produto de resina contendo dois grupos de uretano, isto é, o poliol apropriadamente

dito é capeado na extremidade com grupos de uretano de sili-  
lado.

Mais particularmente, em uma modalidade da inven-  
ção dos poliisocianatos empregados na fabricação do pré-  
5 polímero poder ser um poliisocianato alifático, cicloalifá-  
tico, aralifático ou aromático. Os exemplos de poliisocia-  
natos adequado incluem diisocianato de etileno, diisocianato  
1,6-hexametileno, diisocianato de isoforona, cicloexano-1,4-  
diisocianato, diisocianato de 4,4'-diciçloexilmetano, diiso-  
10 cianato de p-xilileno, diisocianato de 1,4-fenleno, diisoci-  
anato 2,4-tolueno, diisocianato de 2,6-tolueno, diisocianato  
de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,4'-difenilmetano,  
poliisocianatos de polifenil de polimetileno e diisocianato  
de 1,5-naftileno. As misturas de poliisocianatos podem ser  
15 empregadas e também poliisocianatos que tem sido modificado  
pela introdução de resíduos de uretano, alofanata, uréia,  
biureto, carbodiimida, uretonimina ou isocianurato. Os iso-  
cianatos preferidos incluem diisocianato de tolueno, diiso-  
cianato de difenilmetano, diisocianato de difenilmetano po-  
20 limérico, diisocianato de cicloexano, diisocianato de isofo-  
rona, diisocianato de naftalina e diisocianato de fenileno.

Os polióis poliméricos podem ser membros de qual-  
quer das classes químicas de polióis poliméricos empregados  
ou podem propôs para ser empregados em formulações de poliur-  
25 retana. Em particular, eles podem ser poliésteres, polies-  
teramidas, poliéteres, politioéteres, policarbonatos, polia-  
cetais, poliolefinas ou polissiloxanos. Onde apropriado, os  
polióis podem conter grupos aminos terciários livres. Os

pesos moleculares preferidos são acima de cerca de 1000.

Os polióis de poliéster que podem ser empregados incluem produtos de reação terminados em hidroxila de álcoois de poliídrico tal como etileno glicol, propileno glicol, dietileno glicol, neopentil glicol, 1,4-butanediol, dimetanol de furano, dimetanol de cicloexano, glicerol, trimetilolpropano ou pentaeritritol ou misturas destes com ácidos policarboxílico, especialmente ácidos dicarboxílico ou seus derivados de formação de éster, por exemplo, ácidos succínico, glutárico e adípico ou seus ésteres de dimetila, anidrido de ftálico ou tereftalato de dimetila. Os poliésteres obtidos pela polimerização de lactonas, por exemplo, caprolactona, em conjunto com um poliol pode também ser empregado. Os poliesteramidas podem ser obtidos pela inclusão de amino-álcoois tal como etanolamina em misturas de poliesterificação. Os poliésteres contendo grupos aminos terciários livres podem ser obtidos incluindo-se polióis amino terciário, por exemplo, trietanolamina ou N-metilildietanolamina na reação de poliesterificação.

Os polióis de polieter que podem ser empregados incluem produtos obtidos pela polimerização de um óxido cíclico, por exemplo, óxido de etileno, óxido de propileno ou tetraidrofurano ou pela adição de um ou mais tais óxidos a iniciadores polifuncionais, por exemplo, água, etileno glicol, propileno glicol, dietileno glicol, dimetanol de cicloexano, glicerol, trimetilolpropano, pentaeritritol ou Bisfenol A. Os poliéteres especialmente útil incluir dióis e trióis de polioxipropileno, dióis e trióis de po-

li(oxietileno-oxipropileno) obtidos pela adição simultânea ou seqüencial de óxidos de etileno e propileno a iniciadores apropriados e politetrametileno éter glicóis obtidos pela polimerização de tetraidrofurano. Os poliéteres contendo

5 grupos aminos terciários livres podem ser obtidos pelo oxialquilação, por exemplo, oxipropilação, de amônio, amins primária ou secundária e aminoálcoois. Os exemplos de aminas adequadas incluem diamina de etileno, anilina, benzilamina, diaminas de tolueno, diaminodifenilmetana e poliaminas

10 de polifenila de polimetilena. Os aminoálcoois adequados incluem etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, N-metildietanolamina, bis(2-hidroxietil)anilina, bis(2-hidroxipropil)anilina e bis(2-hidroxietil)benzilamina. No processo de oxialquilação, as misturas de iniciadores con-

15 tendo e livres de amino podem ser empregados se desejado.

Os polióis de politioeter que podem ser empregados incluem produtos obtidos por condensação de tioglicol ou somente ou com outros glicol, ácidos de dicarboxílico, formaldeído, aminoálcoois ou ácidos de aminocarboxílico.

20 Os polióis de policarbonato que podem empregados incluem produtos obtidos reagindo-se dióis tal como 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, dietileno glicol ou tetraetileno glicol com carbonato de diarila, por exemplo, carbonato de difenila, ou com fosgênio.

25 Os polióis de poliacetal que podem ser empregados incluem aqueles preparados reagindo-se glicol tal como dietileno glicol, trietileno e hexanediol glicol com formaldeído. Os poliacetais adequados podem também ser preparados

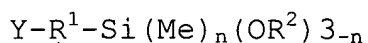
por polimerização de acetais cíclicos.

Os polióis de poliolefina adequados incluem homo- e copolímeros de butadieno terminados em hidróxi.

Os dióis tendo cadeias polioxi-etileno pendente que  
5 pode ser empregado na preparação do pré-polímero incluem aqueles descritos na técnica anterior, por exemplo, na Patente U.S. No. 3.905.929.

Os silanos úteis na invenção incluem isocianatos-silanos e aminossilanos. Por exemplo, o isocianatossilano  
10 pode ser um selecionado do grupo consistindo em 3-isocianatopropilmetildimetoxissilano, 3-isocianatopropiltrimetilioxissilano e 3-isocianatopropiltri-etoxissilano. Um isocianatossilano adequado é disponibilizado por GE Silicones sob designação A  
15 Link-35. Os aminosilanos podem ser, por exemplo, selecionados do grupo consistindo em 4-amino-3,3-dimetilbutiltrimetoxissilano, 4-amino-3,3-dimetilbutildimetoximetilssilano, N-metil-4-amino-3,3-dimetilbutiltrimetoxissilano, aminoisopropoxietiltrimetoxissilano, aminoisopropoxipropiltrimetoxissilano, 4-amino-3,3-  
20 dimetilbutiltri-etoxissilano, 4-amino-3,3-dimetilbutildietoximetilssilano, N-metil-4-amino-3,3-dimetilbutiltri-etoxissilano e aminoisopropoxietiltri-etoxissilano.

25 Em uma modalidade da invenção um agente de capeamento de extremidade de silano útil no processo da invenção pode ter a fórmula:



Onde Y é -NCO, -NHR, -NH<sub>2</sub>, ou -HS,

R é um grupo alquila tendo de 1-10 átomos de carbono,

R<sup>1</sup> é um grupo hidrocarboneto divalente tendo de 1-  
5 10 átomos de carbono,

Me é metila,

OR<sup>2</sup> é um grupo alcóxi onde R<sup>2</sup> tem de 1 a 5 átomos de carbono (por exemplo, metóxi, etóxi, propóxi, etc.), e  
n= 0 a 3.

10 Os alimentos podem opcionalmente incluem catalisadores, plastificantes, corantes, estabilizadores, tixotropos, cargas e outros.

Os plastificantes exemplares incluem ftalatos, dibenzoatos, de dipropileno e dietileno glicol e misturas destes, óleo de soja de epoxidado e outros. As fontes úteis de  
15 dioctila e ftalato de diisodecila incluem aquelas disponibilizadas sob o nome comercial "Jayflex DOP" e "Jayflex DIDP" de Exxon Chemical. Os dibenzoates são disponibilizados como "Benzoflex 9-88", "Benzoflex 50" e "Benzoflex 400" de Velsicol Corporation Chemical. O plastificante tipicamente com-  
20 preende até 100 partes por cem partes do polímero com 40 a 80 partes por cem sendo preferido.

As cargas típicas incluem cargas de reforço tal como sílica fumegada, sílica precipitada e carbonato de cálcio.  
25 Para também melhora a força física das formulações, negro de fumo de reforço pode ser empregado como uma carga principal, conduzindo aos sistemas negros. Vários graus comerciais de negro de fumo úteis nesta invenção são disponi-

bilizados, tal como produtos "Corax" (Degussa). Para obter formulações translúcidas, níveis mais elevados de sílica fumegada ou sílica precipitada devem ser empregados como uma carga principal, sem negro de fumo.

5 Os carbonatos de cálcio tratado tendo tamanhos de partícula de 0,07 microns a 4 microns são cargas preferidas e são disponibilizados sob vários nomes comerciais, tal como: "Ultra Pflex" e "Hi Pflex" de Specialty Minerals; "Winnofil SPM" e "Winnofil SPT" de Zeneca Resins; Hubercarb  
10 1Qt", "Hubercarb 3Qt" e "Hubercarb W" de Huber e "Kotomite" de ECC. Estas cargas podem ser empregadas ou sozinha ou em combinação. As cargas geralmente compreende até 300 partes por 100 partes do polímero de sililado com 80 a 150 partes sendo o nível de carregamento mais preferido. Os estabilizadores UV e/ou antioxidantes podem ser incorporados nas  
15 formulações de selante desta invenção em uma quantidade de 0 a 5 partes por cem partes de polímero sililado com 0,5 a 2 partes sendo preferido. Estes materiais são disponibilizados sob as Great Lakes e Ciba Specialty Chemicals sob o nome  
20 comercial "Anox 20" e "Uvasil 299 HM/LM" (Great Lakes), e "Irganox 1010", "Irganox 1076", "Tinuvin 770", "Tinuvin 327", "Tinuvin 213" e "Tinuvin 622 LD" (Ciba), respectivamente.

O alimento pode incluir vários agentes anti-  
25 arqueamento ou tixotrópico. Estas classes de aditivos são tipificadas por várias ceras de rícino, sílica fumegada, argilas tratadas e poliamidas. Estes aditivos tipicamente compreende 1 a 10 partes por cem partes de componente de po-

límero sililado com 1 a 6 partes sendo preferido. Os tixotropos úteis incluem aqueles disponibilizados como: "Aerosil" de Degussa, "Cab-O-Sil" de Cabot, "Castorwax" de Cas-Chem, "Thixatrol" e "Thixcin" de Rheox, e "Disparlon" de  
5 King Industries.

Os catalisadores adequados são dicarboxilatos de dialquiltina, tal como dilaurato de dibutiltina e acetato de dibutiltina, aminas terciária, os sais estanoso de ácidos carboxílico, tal como octoato estanoso e acetato estanoso, e  
10 outros.

O processo inclui medição dos reagentes, mistura dos reagentes (por exemplo, pelos elementos de misturas estáticos no reator tubular, aquecendo, secando, devolatilização, e moagem. Os produtos incluem poliuretanas terminados  
15 em silano (SPUR) que, em uma modalidade da invenção, pode ser consequentemente incorporado em selantes/adesivo. Em outra modalidade da invenção o selante/adesivo podem ser produzidos pelo processo contínuo descrito aqui pela adição em um corrente de alimentação dos aditivos apropriados como  
20 descrito acima.

O reator é um reator tubular com um misturador estático interno. A relação de comprimento para diâmetro (L/D) pode variar tipicamente de cerca de 10:1 a cerca de 50:1 embora as relações fora desta faixa possam ser empregadas onde apropriado. Em uma modalidade da invenção a reação  
25 é tipicamente conduzida a uma temperatura de até cerca de 200°C. Em outra modalidade a temperatura de reação pode variar de cerca de 80°C a cerca de 170°C. Em ainda outra mo-

dalidade a temperatura de reação pode variar de cerca de 120°C a cerca de 150°C. Os reagentes são linearmente movidos pelo reator. O tempo de permanência de reagentes no reator tubular pode tipicamente ser até cerca de 30 minutos, 5 embora qualquer tempo de permanência adequado possa ser selecionado.

Quando mais do que um reator tubular é empregado, os reatores ficam dispostos em série e podem ser de diâmetros e comprimentos diferentes. As correntes de alimentação 10 podem ser introduzidas em pontos diferentes no processo.

Referindo-se agora a FIGURA 1, uma ilustração de diagramático de uma modalidade do processo é apresentada onde F1 é uma corrente de alimentação contendo poliol, e opcionalmente vários aditivos de selante/adesivo/revestimento 15 ta como descrito acima. F2 é uma corrente de alimentação contendo um agente de sililação (por exemplo, isocianatossilano), que é introduzido na corrente alimentação de poliol F1 após a entrada no reator tubular R. F3 é um corrente de alimentação contendo catalisador que é introduzido no reator 20 tubular R a jusante da entrada na qual os alimentos combinado F1 e F2 são introduzidos. O reator R inclui um misturador estático interno e é aquecido por uma fonte de calor externa para aumentar os teores do reator para temperatura de reação apropriada. O comprimento do reator R e a taxa de 25 produção são ajustados para fornecer um tempo de permanência desejado para os teores do reator quando eles são movidos linearmente nele. Uma reação de *um sobressalto* ocorre no reator R. O efluente de reator que R é voltado a um refri-

gerador C, que resfria o efluente a cerca de 20°C. O produto é uma SPUR de poliuretana de sililado.

Referindo-se a FIGURA 2, outra modalidade do processo é ilustrada na quais três reatores R-1, R-2, e R-3, cada tendo dimensões individualmente selecionado de diâmetro e comprimento, estão disposto em série. Um alimento de diisocianato F5 é combinado com alimento de poliol F4 antes da entrada em reator R-1. Uma reação de extensão de cadeia ocorre em reator R-1. Opcionalmente, o alimento de diisocianato F5 também inclui poliol. Opcionalmente, o alimento de poliol F4 inclui aditivos selante/adesivo/revestimento como descrito acima. Um alimento de agente de sililação F6 é introduzido entre os reatores R-1 e R-2. Uma reação de capeamento na extremidade ocorre em reator R-2. Opcionalmente, o alimento de agente de sililação F6 pode ser introduzido a outros pontos no processo dependendo da quantidade de extensão de cadeia desejada. O alimento F7 inclui um catalisador e é introduzido entre o reator R-2 e R-3. O efluente do reator R-3 é enviado para o refrigerador C. O produto é um SPUR de poliuretana de sililado.

Várias características da invenção são ilustradas pelos Exemplos apresentados abaixo.

#### EXEMPLO 1 E EXEMPLO COMPARATIVO

Acclaim 12.200 (poliol de Bayer) foi bombeada continuamente para o reator, em uma taxa de cerca de 80 centímetros cúbicos por minutos (cc/min), empregando uma bomba de engrenagem de medição Zênite, tamanho = 10 centímetros cúbicos por revolução (cc/rev), operando em 8 revoluções por mi-

nuto (rpm). A Link-35 (silano de isocianato de GE) foi bombeado continuamente para o reator, em uma taxa de cerca de 3 cc/min, empregando uma bomba de êmbolo de medição de Milton Roy. SUL-4 (catalisador de dilaurato de dibutiltina de Crompton) foi pré-misturado em 0,1% de concentração com Acclaim 12.200; esta pré-misturado foi bombeado continuamente par o reator a cerca de 5 cc/min, empregando uma bomba de medição Zênite, tamanho 0,584 cc/rev, operando a cerca de 8,3 rpm.

10 O reator tubular consistiu em tubo contendo elementos de misturador estáticos internos (Koch-Sulzer SMX) para fornecer a mistura. A configuração do processo foi similar àquele ilustrada na FIGURA 1. O reator foi aquecido a cerca de 100-180 graus Celsius (C) empregando fita de calor elétrico no tubo. A temperatura foi medida por termoelementos. No final do reator, uma seção de jaquetada de água de resfriamento de tubo resfriou o produto a cerca de 20-80 graus C.

20 O produto de pré-polímero saiu do processo contínuo e amostra 1-3 foram coletadas e testadas. O Teste por FTIR e titulação mostram a reação completa, menor do que 0,05 por cento em peso (% em peso) isocianato (NCO). A medição de viscosidade mostrou menos do que 20.000 cp em 1  $\text{sec}^{-1}$  de taxa de cisalhamento a 20 graus C. O teste por cura durante a noite mostrou uma película livre de aderência. Para propósitos de comparação uma amostra foi levada de um processo de batelada e similarmente testada. Os testes de propriedades mecânicas dos pré-polímeros são similares àque-

les feitos de preparação de batelada.

Os seguintes resultados foram obtidos como apresentado na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1

5 (Propriedades físicas de Pré-polímero SPUR)

| Amostra                 | Resistência<br>a tração<br>(kPa) | Módulo de<br>Young<br>(kPa) | % de A-<br>longamen-<br>to | Resistência<br>ao cisalha-<br>mento<br>(lb/in) | Dureza<br>(suporte<br>A) |
|-------------------------|----------------------------------|-----------------------------|----------------------------|------------------------------------------------|--------------------------|
| 1                       | 510,21                           | 841,16                      | 85                         | 10,4                                           | 26,5                     |
| 2                       | 723,94                           | 1234,16                     | 83                         | 9,6                                            | 25                       |
| 3                       | 544,68                           | 744,63                      | 108,2                      | 8,3                                            | 28,5                     |
| Ex. Comp.<br>(batelada) |                                  | 965,95                      | 100,8                      | 9,1                                            | 25                       |

Duas composições selantes foram feitas da amostra 3, e testada quanto às propriedades físicas. Os resultados são mostrados na Tabela 2 abaixo.

Tabela 2

10 (Propriedades físicas de selante SPUR)

| Ex | Sp.Gr | Taxa<br>app. | Sp.Gr | Suporte<br>A | Tração | Alongamento | 50% de<br>Módulos | 100% de<br>módulos |
|----|-------|--------------|-------|--------------|--------|-------------|-------------------|--------------------|
| 3a | 1,530 | 588          | 1,574 | 51,0         | 201    | 165         | 151               | 177                |
| 3b | 1,402 | 1173         | 1,397 | 32,9         | 156    | 199         | 75                | 112                |

#### EXEMPLO 2

A configuração do processo é similar àquela mostrada na FIGURA 2. O poliol Acclame 12.200 foi reagido com Demodur I (diisocianato de isoforona, IPDI, de Bayer), na  
15 presença de catalisador SUL-4, e também capeamento com A

Link-35 de silano. O extensor de cadeia (IPDI) e agente de capeamento (A-Link 35) foram adicionados separadamente, embora eles podem alternativamente ser adicionados juntos. As seguintes quantidades de composição foram empregadas: 72,62 partes em peso de poliol, 3,73 partes de PDI 20% em poliol, 7 partes de catalisador 0,1% em poliol, e 1,44 partes de agente de tamponamento. As composições de catalisador e temperaturas foram variadas e amostras levadas e testada. Os resultados são mostrados abaixo em Tabela 3.

10

Tabela 3

|                                     | Amostra S-1 | Amostra S-2 | Amostra S-3 |
|-------------------------------------|-------------|-------------|-------------|
| Catalisador, ppm                    | 15          | 20          | 20          |
| Temperatura do reator R-2, °C       | 80          | 80          | 100         |
| Temperatura do reator R-3, °C       | 150         | 150         | 17          |
| Taxa de produção, g/min             | 83          | 83          | 83          |
| Viscosidade de amostra, centipoises | 28,000      | 38,000      | 58,000      |
| Porcentagem NCO                     | 0,034       | 0,034       | 0,029       |

Ao mesmo tempo em que a descrição acima contém muitos específicos, estes específicos não devem ser interpretados como limitações da invenção, porém meramente como exemplificações de modalidades preferidas destas. Aqueles versados na técnica preverão outras modalidades dentro do escopo e espírito da invenção como definido pelas reivindicações anexas a esta.

15

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção contínua de pré-polímero sililado, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

5           a) continuamente introduzir uma quantidade pré-determinada de um poliol em pelo menos uma zona de reação;

          b) continuamente introduzir um agente de sililação em pelo menos uma zona de reação;

          c) continuamente reagir o poliol sob condições re-  
10   acionais de temperatura e tempo suficientes para produzir uma resina de pré-polímero sililado enquanto os reagentes são movidos através de pelo menos uma zona de reação; e,

          d) continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.

15           2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o poliol é selecionado do grupo consistindo em polióis de poliéster, polióis de poliesteramida, polióis de polieter, polióis de politioeter, polióis de policarbonato, polióis de poliacetal, polióis de  
20   poliolefina e polióis de polissiloxano

          3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 **CARACTERIZADO** pelo fato de que o agente de sililação é um isocianatossilano.

          4. Processo, de acordo com a reivindicação 3,  
25   **CARACTERIZADO** pelo fato de que o isocianatossilano é selecionado do grupo consistido em 3-isocianatopropilmetildimetoxissilano, 3-isocianatopropiltrimetoxissilano e S-isocianatopropiltriethoxissilano.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o poliol é reagido com um poliisocianato antes da adição do agente de sililação para fornecer um polímero tendo grupos de uretano de repetição.

5 6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o poliisocianato é selecionado do grupo consistido em diisocianato de etileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de isoforona, cicloexano-1,4-diisocianato, diisocianato de 4,4'-  
10 dicicloexilmetano, diisocianato de p-xilileno, diisocianato de 1,4-fenileno, diisocianato de 2,4-tolueno, diisocianato de 2,6-tolueno, diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de 2,4'-difenilmetano, poliisocianatos de polifenila de polimetileno e diisocianato de 1,5-naftileno.

15 7. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que um excesso de poliol é reagido com o poliisocianato para produzir uma poliuretano terminado em grupos hidroxila.

20 8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o agente de sililação é um isocianatossilano.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o isocianatossilano é selecionado do grupo consistido em 3-  
25 isocianatopropilmetildimetoxissilano, 3-isocianatopropiltrimetoxissilano e 3-isocianatopropiltriethoxissilano.

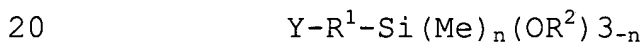
10. Processo, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que um excesso de poliisocianato

é reagido com o poliol para produzir um poliuretano terminado em grupos isocianato.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o agente de sililação é um aminossilano.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aminossilano é selecionado do grupo consistindo em 4-amino-3,3-dimetilbutiltrimetoxissilano, 4-amino-3,3-dimetilbutildimetoximetilssilano, N-metil-4-amino-3,3-dimetilbutiltrimetoxissilano, aminoisopropoxietiltrimetoxissilano, aminoisopropoxipropiltrimetoxissilano, 4-amino-3,3-dimetilbutiltrietoxissilano, 4-amino-3,3-dimetilbutildietoximetilssilano, N-metil-4-amino-3,3-dimetilbutiltrietoxissilano e aminoisopropoxietiltrietoxissilano.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o agente de sililação corresponde à fórmula:



Onde Y é -NCO, -NHR, -NH<sub>2</sub>, ou -HS,

R é um grupo alquila tendo de 1-10 átomos de carbono,

R<sup>1</sup> é um grupo hidrocarboneto divalente tendo de 1-10 átomos de carbono,

Me é metila,

OR<sup>2</sup> é um grupo alcóxi onde R<sup>2</sup> tem de 1 a 5 átomos de carbono, e

n= 0 a 3.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que pelo menos uma zona de reação compreende pelo menos um reator tubular tendo um misturador  
5 estático, onde uma fonte de calor fornece calor para a referida zona de reação.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que pelo menos uma zona de reação compreende dois ou mais reatores tubulares dispostos em série,  
10 os referidos reatores tubulares tendo iguais ou diferentes dimensões de diâmetro e comprimento.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 15, **CARACTERIZADO** pelo fato de que entradas de alimentação são fornecidas entre os reatores tubulares.

15 17. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o pré-polímero sililado é continuamente misturado com um ou mais aditivos para fornecer um produto acabado.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto acabado é uma composição selante e/ou adesiva e/ou de revestimento.  
20

19. Processo, de acordo com a reivindicação 17, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aditivo compreende um ou mais compostos selecionados do grupo consistindo em plásticos,  
25 ficantes, corantes, estabilizadores, tixotropos e cargas.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que os referidos aditivos são introduzidos em pelo menos uma zona de reação junto com um

componente de alimentação.

21. Processo para a produção contínua de pré-polímero sililado, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

5 a) introduzir uma quantidade pré-determinada de um poliol em pelo menos uma zona de reação;

b) introduzir um agente de sililação em pelo menos uma zona de reação;

10 c) continuamente reagir o poliol sob condições reacionais de temperatura e tempo suficientes para produzir uma resina de pré-polímero sililado enquanto reagentes são linearmente movidos através de pelo menos uma zona de reação; e,

15 d) continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.

22. Processo para a produção contínua de pré-polímero sililado, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

20 a) continuamente introduzir uma quantidade pré-determinada de um poliol em pelo menos uma zona de reação;

b) reagir o poliol com um poliisocianato em uma primeira porção da zona de reação para fornecer uma resina de poliuretano;

25 c) continuamente introduzir um agente de sililação em uma segunda porção da zona de reação;

c) continuamente reagir a resina de poliuretano com o agente de sililação sob condições reacionais de temperatura e tempo suficientes para produzir uma resina de pré-

polímero sililado enquanto os reagentes são linearmente movidos através da pelo menos uma zona de reação; e

d) continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.

FIG. 1

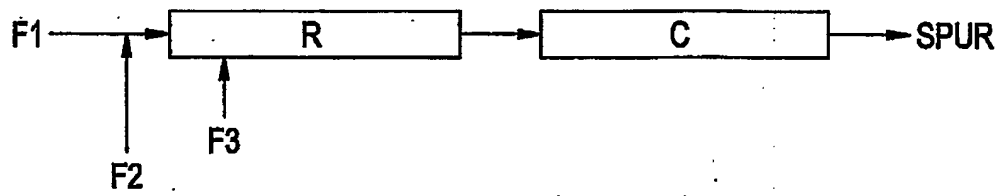
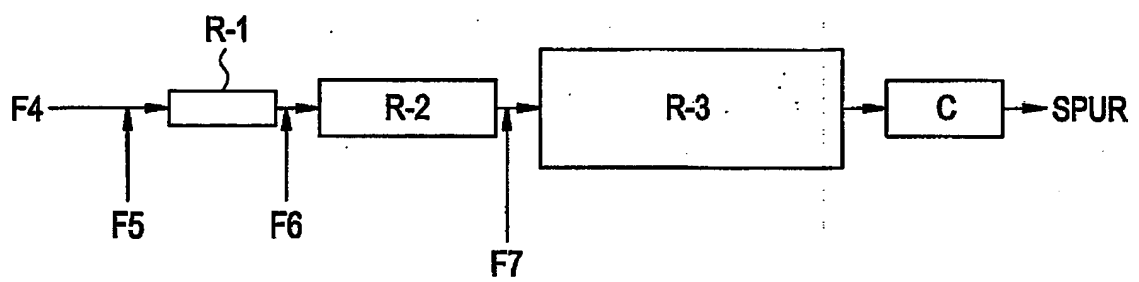


FIG. 2



710615844-7

RESUMO

"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO CONTÍNUA DE RESINA SILILADA"

Um processo para a produção contínua de pré-polímero sililado inclui introduzir continuamente uma quantidade pré-determinada de um poliol em pelo menos uma zona de reação; continuamente introduzir um agente de sililação em pelo menos uma zona de reação; continuamente reagir o poliol sob condições reacionais de temperatura e tempo suficientes para produzir uma resina de pré-polímero sililado; e, continuamente remover a resina de pré-polímero sililado de pelo menos uma zona de reação.