



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

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



## CARTA PATENTE N.º PI 0413228-9

*Patente de Invenção*

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

(21) Número do Depósito : PI 0413228-9

(22) Data do Depósito : 25/08/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 10/03/2005

(51) Classificação Internacional : C08J 9/00

(30) Prioridade Unionista : 25/08/2003 US 60/497,527; 27/02/2004 US 60/548,493

(54) Título : ESPUMA AQUOSA ESTÁVEL, LAMINADO E MÉTODO PARA FABRICAR UMA ESPUMA PERMANENTE DE CÉLULAS ABERTAS

(73) Titular : DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC., Sociedade Norte Americana. Endereço: Washington Street, 1790 Building, Midland, Michigan 48674, Estados Unidos (US).

(72) Inventor : Gary M. Strandburg, Químico(a). Endereço: 2256 West Wing Road, Mount Pleasant, MI 48858, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; Mark W. Vansumeren, Químico(a). Endereço: 609 Gerald Court, Midland, MI 48642, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; Shaofu Wu, Químico(a). Endereço: 6218 Walston Ben Drive Sugar Land, TX 77479, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; Luther E. Stockton, Químico(a). Endereço: 5613 Lantern Lane Midland, MI 48642, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; David R. Speth, Químico(a). Endereço: 1207 Evamar Drive, Midland, MI 48640, Holanda. Cidadania: Holandesa.; BRAD M. MONCLA, Químico(a). Endereço: 56 Nandina Court - Lake Jackson, TX 77566, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; Matthew J. Kalinowski, Químico(a). Endereço: 11133 Laduke Road Freeland, MI 48623, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 09/09/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 9 de Setembro de 2014.

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



"ESPUMA AQUOSA ESTÁVEL, LAMINADO E MÉTODO PARA FABRICAR UMA ESPUMA PERMANENTE DE CÉLULAS ABERTAS"

Histórico da invenção

[001] Espumas de células abertas hidrofílicas são utilizadas para receber e distribuir fluidos aquosos; por exemplo; fraldas, produtos para incontinência em adultos, produtos de higiene feminina, toalhas e esponjas de limpeza, curativos para ferimentos e esponjas cirúrgicas e outros usos de absorção de fluidos aquosos análogos. Adicionalmente, tanto as espumas de células abertas hidrofóbicas como as hidrofílicas são utilizadas em numerosas outras aplicações, por exemplo, filtração de fluidos, aplicações de isolamento, por exemplo, absorção acústica ou amortecimento acústico e barreiras ou isolamento térmico, acolchoamento, tapetes e forração de tecidos.

[002] A invenção refere-se à composição de espuma sem cura produzida mecanicamente compreendendo polímeros olefínicos dispersos baseados em água; composições de espuma de células abertas permanente e recicláveis, estruturas e artigos derivados da mesma; e métodos para preparação de tais espumas e espumas não curadas. A invenção diz respeito ainda ao uso de espumas permanentes secas nas aplicações de absorção, filtração, isolamento, acolchoamento e forração devido, entre outras propriedades, à sua boa capacidade de absorção, maciez e/ou flexibilidade e à sua natureza reciclável.

[003] A espuma não curada produzida mecanicamente útil em artigos para captação e distribuição de fluidos aquosos foi preparada a partir de látex polimérico; por exemplo, espumas derivadas de látex de butadieno/estireno carboxilado

descritas em patente U.S. nº 4.990.541 e WO 01/80916A2.

[004] Dispersões aquosas de copolímeros olefínicos lineares, úteis para preparar revestimentos de película com tratamento medicinal são produzidas, mas não esponjadas não curadas aparentemente, usando uma quantidade estabilizante e emulsificante de tensoativo tais como descritas na patente U.S. nº 5.798.410.

#### Sumário da invenção

[005] A invenção compreende espumas não curadas de polímeros olefínicos dispersos baseadas em água; composições de espuma permanente de células abertas (secas) derivadas das mesmas; métodos para preparação de tais espumas não curadas de polímeros olefínicos dispersos e espumas permanentes; e o uso das espumas permanentes em várias aplicações. A flexibilidade e maciez relativas das espumas e sua boa absorção de fluido aquoso e capacidade de torcida de fluido aquoso torna-as de utilidade particular em artigos absorventes de higiene tendo, entre outras propriedades, capacidades de torcida e de absorção de fluidos.

[006] Descobrimos uma espuma de células abertas que é preparada a partir de espuma não curada de polímero olefínico disperso baseada em água e que exhibe elevada Capacidade de Absorção ("AC") (expressa como gramas de solução salina sintética a 0,9 por cento em peso por grama de espuma seca) maior que 10 g/g, preferivelmente maior que 15 g/g. Preferivelmente, a espuma durável da invenção é hidrofílica e para aplicações selecionadas é capaz de torcer verticalmente a solução salina a 0,9% a uma altura preferivelmente maior que 5 cm (~2 polegadas), mais preferivelmente maior que 8 cm (~3 polegadas), ainda mais preferivelmente maior que cerca de

10 cm (~4 polegadas), e muitíssimo preferivelmente maior que cerca de 15 cm (~6 polegadas). A capacidade de torcida vertical é medida por um teste de Altura de Torcida Vertical ("VWH"), descrito abaixo em maiores detalhes.

[007] Divulga-se também uma dispersão aquosa compreendendo a combinação resultante de um polímero olefínico termoformável semicristalino, um ácido graxo de cadeia longa com mais de 18 átomos de carbono, água deionizada, e uma base, sendo que a dispersão tem um teor de sólidos de cerca de 67 por cento em peso.

[008] A espuma não curada baseada em água de polímero olefínico disperso é preparada a partir de um polímero termoformável semicristalino (Polímero) que provê uma vantagem adicional de comunicar um caráter reciclável à própria espuma permanente resultante e aos artigos que a incorporam. No caso de aplicações em isolamento térmico e acústico e acolchoamento, em particular, esta se torna um material muito atraente para fabricar artigos que a contenham, por exemplo, estofamento de assento de automóvel, coberturas de tetos interiores de automóveis e componentes de isolamento acústico, forros de tapetes residenciais e automobilísticos, estofamento de móveis e almofadas e colchões, dispositivos para filtração de líquido ou gás e aplicações semelhantes. Em tais usos é altamente desejável se ter um polímero olefínico, elemento de espuma de células abertas que possam ser reciclados facilmente.

[009] O Polímero é selecionado de copolímeros e interpolímeros de etileno e/ou propileno e outros monômeros selecionados de olefinas de  $C_4$  a  $C_{10}$ , preferivelmente alfa-olefinas, e mais preferivelmente selecionados de n-buteno, n-

hexeno e n-octeno. O conteúdo de etileno ou propileno no Polímero varia de cerca de 2-98 por cento de Polímero. O módulo da espuma durável pode ser controlado por seleção de polímeros. Por exemplo, usando um copolímero tendo um nível maior de olefinas de  $C_4$ - $C_8$  obter-se-á uma espuma mais macia e mais flexível que um copolímero possuindo quantidades menores de olefinas de  $C_4$ - $C_8$ . De modo semelhante, uma espuma confeccionada com copolímero de propileno/olefina de  $C_4$ - $C_8$  dará uma espuma mais rígida que uma composição correspondente produzida com copolímero de etileno/olefina de  $C_4$ - $C_8$ . Copolímeros selecionados constituirão o restante do Polímero. Encontram-se abaixo detalhes adicionais referentes ao Polímero.

[0010] A composição de espuma absorvente de células abertas da invenção é uma espuma permanente. Ela resulta da secagem da dispersão aquosa de espuma não curada de Polímero em condições selecionadas para inibir a coalescência das bolhas individuais de gás na espuma não curada por um período de tempo suficiente para permitir que as partículas poliméricas dispersas contidas na fina camada aquosa circundando a bolha de ar aprisionado fundam antes que a estrutura de película aquosa sofra colapso significativo. A secagem ocorre quando a água evapora das superfícies das bolhas e dos canais ou interstícios entre as bolhas.

[0011] Alguns modos preferidos de uso e artigos compreendidos da espuma absorvente incluem artigos de higiene conformáveis absorventes de fluidos aquosos, mais particularmente, fraldas infantis, produtos para incontinência em adultos, produtos de higiene feminina, curativos, carneiras, compressas, esponjas e toalhas de

limpeza, coxins de proteção de ferimentos, esponjas cirúrgicas, artigos de vestuário médico, coxim absorvente de embalagem de alimento e de vestuário cirúrgico. Tipicamente, tal coxim é empregado para absorver gotejamento e sumo de carne no fundo de bandejas de embalagem. A espuma também é útil em artigos usados em sistemas de liberação regulada, por exemplo como em liberação continuada de fármacos e medicamentos, como coxins de contato para liberação através da pele e similares.

[0012] A invenção compreende ainda artigos absorventes recicláveis. No caso de artigos geralmente não descartáveis de um caráter mais permanente e reutilizável, tais como aplicações de acolchoamento e isolamento térmico e acústico, em particular, a natureza reciclável torna a espuma absorvente um material muito atraente para fabricar artigos da mesma. Isto se deve à sua absorção de impacto, absorção acústica ou outras propriedades relacionadas com absorção; por exemplo, em acolchoamento de assentos de automóveis, coberturas de tetos interiores de automóveis e componentes de isolamento acústico, forros de tapetes para automóveis e residências, estofamento de móveis e colchões e almofadas, dispositivos para filtração de gases e líquidos e aplicações semelhantes.

#### Breve descrição do desenho

[0013] A Figura 1 representa uma curva de fusão, fluxo térmico em watts/grama (W/g) plotado contra a temperatura (em graus Celsius) no eixo x, obtida primeiro por calorimetria diferencial de varredura térmica (DSC) para o polímero designado como Polímero 1 D na Tabela 1 e em outro lugar. O gráfico de absorção de calor de uma curva de DSC pode ser

usado para determinar uma faixa de temperatura de fusão aproximada para o Polímero respectivo, assim como para determinar a temperatura ( $T_{x\%c}$ ) para uma dada porcentagem de cristalinidade residual de Polímero tal como descrito mais completamente e utilizado para propósitos mencionados abaixo.

#### Descrição detalhada da invenção

[0014] Todas as partes e porcentagens, salvo se estabelecido de modo contrário, estão expressas em peso.

#### Definição de termos

[0015] O termo "adaptável" tal como usado aqui significa a capacidade adquirir a forma desejada pelo usuário, por exemplo, a forma de um usuário de um artigo absorvente. O termo "dispersão" tal como usado aqui significa uma composição bifásica de líquido/polímero, onde a fase aquosa é normalmente uma fase contínua e o Polímero está suspenso na mesma de modo estável, apropriadamente com o auxílio de um dispersante/agente dispersante de modo que o polímero permanecerá disperso pelo menos o tempo necessário para completar a etapa de formação de espuma não curada. Preferivelmente o polímero permanecerá disperso durante todo o processo de esponjamento sem cura e secagem a fim de que um processo completo possa ser executado, quer em modo contínuo que em modo por batelada, sem que o polímero se separe da dispersão. Métodos apropriados são ensinados na técnica; vide, por exemplo, as patentes U.S. n°s 5.798.410 e 6.448.321.

[0016] O termo "secagem" tal como usado aqui significa um processo de fazer com que a espuma não curada se torne uma espuma seca e o termo "seco" tal como usado aqui significa eliminação de pelo menos 95 por cento da água da espuma não

curada.

[0017] O termo "esponjamento sem cura" ou "esponjado sem cura" tal como usado aqui significa um processo de incorporar volumes substanciais de ar, ou outro gás, num líquido onde pelo menos 80, preferivelmente pelo menos 85 e mais preferivelmente pelo menos 90 por cento em volume do material esponjado sem cura consiste do componente gasoso. Entenda-se que o líquido aquoso pode ser uma solução molecular, uma solução micelar ou uma dispersão. Em geral cria-se a espuma não curada por métodos mecânicos tal como misturação com cisalhamento elevado em condições atmosféricas ou opcionalmente injetando no sistema com misturação simultânea.

[0018] O termo "espuma não curada" tal como usado aqui significa uma dispersão aquosa do Polímero que foi esponjada sem cura, tal como descrito acima, antes da secagem.

[0019] O termo "espuma" tal como usado aqui significa uma estrutura permanente tendo um conteúdo de células abertas de pelo menos 80% ou mais, preferivelmente de pelo menos 85% ou mais e mais preferivelmente de pelo menos 90% ou mais, determinado por e de acordo com ASTM D2856-A.

[0020] O termo "superfície maior" tal como usado aqui significa, numa espuma, uma de duas superfícies substancialmente paralelas com a maior área, ao contrário de uma superfície menor da mesma. Embora possível cortar e arranjar uma espuma crua de modo a formar uma estrutura geométrica cúbica tridimensional regular de seis faces, onde as seis faces de espuma são de substancialmente mesma área, por causa da natureza prática de gerar um artigo de espuma, normalmente se executa expandindo o material esponjado sem cura num transportador movendo-se na direção x, de largura de



espuma não curada na dimensão y, e espessura de espuma não curada de dimensão z. A direção z ou eixo z significa o eixo substancialmente perpendicular ao plano xy definido pela superfície de tal transportador e por essa razão geralmente perpendicular a uma superfície maior da espuma gerada. Duas superfícies maiores de espuma não curada de comprimento x e largura y, que quando secou a espuma resulta numa estrutura tridimensional de espuma de área superficial igual à cerca de xy tanto no topo como no fundo. É cada uma destas superfícies de espuma de topo e de fundo que são referidas aqui como uma superfície maior, ou no caso de espuma que tenha sido cortada em pedaços de espessura aproximadamente igual ao longo dos eixos x-y, superfície maior significa a superfície paralela maior resultante de cada lado paralelo oposto de cada uma das folhas cortadas resultantes de espuma.

#### Polímeros olefínicos

[0021] O polímero olefínico semicristalino (Polímero) é selecionado de copolímeros e interpolímeros de etileno e/ou propileno e outros monômeros selecionados de olefinas de C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>, preferivelmente alfa-olefinas, mais preferivelmente alfa-olefinas de C<sub>4</sub> a C<sub>8</sub> e muitíssimo preferivelmente selecionados de n-butenos, n-hexenos e n-octenos. O conteúdo de etileno ou de propileno do Polímero varia de cerca de 2-98 por cento em peso de Polímero. Onde se deseja uma espuma mais flexível e mais macia uma poliolefina baseada principalmente em etileno é selecionada na qual o etileno compreende de cerca de 98 a cerca de 65 por cento de Polímero. Onde se deseja uma espuma mais rígida de módulo de flexão maior, uma poliolefina baseada principalmente em propileno pode ser selecionada, o propileno compreendendo de cerca de 98 a 65

por cento do Polímero. Os comonômeros selecionados formarão o restante do Polímero.

[0022] O Polímero tem as seguintes características e propriedades: (1) Cristalinidade determinada pela observância de pelo menos uma absorção de calor quando submetido à avaliação por calorimetria diferencial de varredura (DSC) padrão (vide, para propósitos de ilustração, a Figura 1); (2) para Polímeros baseados em etileno um índice de fusão ("MI") determinado de acordo com ASTM D1238 a 190°C (375°F) com um peso de 2,16 kg (4,75 libras) (isto é, condição 190°C/2,16 kg) de cerca de 30 ou menor, preferivelmente de cerca de 25 ou menor, mais preferivelmente de cerca de 22 ou menor, e muitíssimo preferivelmente de cerca de 18 g/10 min ou menor e cerca de 0,1 ou maior, preferivelmente cerca de 0,25 ou maior, mais preferivelmente cerca de 0,5 ou maior, e muitíssimo preferivelmente cerca de 0,75 g/10 min ou maior; e para Polímeros baseados em 1-propeno uma taxa de fluxo de fundido ("MFR") determinada de acordo com ASTM D1238 a 230°C (446°F) com um peso de 2,16 kg (4,75 libras) (isto é, condição 230°C/2,16 kg) de cerca de 85 ou menor, preferivelmente de cerca de 70 ou menor, mais preferivelmente de cerca de 60 ou menor, e muitíssimo preferivelmente de cerca de 50 g/10 min ou menor e cerca de 0,25 ou maior, preferivelmente cerca de 0,7 ou maior, mais preferivelmente cerca de 1,4 ou maior, e muitíssimo preferivelmente cerca de 2 g/10 min ou maior; (3) para Polímeros baseados em etileno uma densidade de cerca de 0,845 ou maior, preferivelmente de cerca de 0,85 ou maior, mais preferivelmente de cerca de 0,855 ou maior e preferivelmente de cerca de 0,86 g/cm<sup>3</sup> ou maior, de cerca de 0,25 ou menor e preferivelmente de cerca

de 0,91 g/cm<sup>3</sup> ou menor, mais preferivelmente de cerca de 0,905 ou menor, e muitíssimo preferivelmente de cerca de 0,90 g/cm<sup>3</sup> ou menor; e para Polímeros baseados em 1-propeno como a densidade é uma medida menos comumente usada da composição de cadeia principal que para Polímeros de etileno, um Polímero baseado em 1-propeno compreende um conteúdo de comonômero de cerca de 5 por cento ou mais, preferivelmente de cerca de 7 por cento ou mais e de cerca de 35 por cento ou menos, preferivelmente de cerca de 25 por cento ou menos.

[0023] Uma classe de Polímeros particularmente apropriada para usar na invenção são copolímeros de etileno e 1-octeno ou 1-butenos, onde o etileno compreende de cerca de 90 ou menos, preferivelmente de cerca de 85 ou menos à cerca de 50 ou mais, preferivelmente à cerca de 55 ou mais, e 1-octeno ou 1-butenos de cerca de 10 ou mais, preferivelmente de cerca de 15 ou mais à cerca de 50 ou menos, preferivelmente à cerca de 45 por cento em peso ou menos do copolímero, e possuindo um índice de fusão de cerca de 0,25 ou maior, preferivelmente de cerca de 0,5 ou maior e de cerca de 30 ou menor, preferivelmente de cerca de 20 g/10 min ou menor.

[0024] Outra classe particularmente preferida de Polímeros para usar na invenção são copolímeros de 1-propeno e etileno, 1-octeno, 1-hexeno ou 1-butenos, onde 1-propeno compreende de cerca de 95 ou menos, preferivelmente de cerca de 93 ou menos à cerca de 65 ou mais, preferivelmente à cerca de 75 ou mais, e etileno, 1-octeno, 1-hexeno ou 1-butenos compreendem de cerca de 5 ou mais, mais preferivelmente de cerca de 7 ou mais à cerca de 35 ou menos, preferivelmente 25 por cento em peso ou menos do copolímero, possuindo uma taxa de fluxo de fundido de cerca de 0,7 ou mais, preferivelmente de cerca de

1,4 g/10 min ou mais e de cerca de 85 ou menos, e preferivelmente de cerca de 55 g/10 min ou menos.

[0025] Alternativamente, em vez de um Polímero único uma mistura de polímeros pode ser empregada desde que tenha as características físicas descritas acima. Por exemplo, pode ser desejável misturar um primeiro polímero com MI ou MFR relativamente elevado que esteja fora da faixa descrita acima, com outro de MI ou MFR relativamente baixo, de modo que o MI ou MFR combinado e a densidade média da mistura cai dentro das faixas mencionadas acima. Um polímero alfa-olefínico mais cristalino pode ser combinado com um de cristalinidade relativamente menor, tal como um possuindo uma quantidade significativa de ramificação de cadeia longa, para prover uma mistura que tenha capacidade de processamento substancialmente equivalente para preparar espuma não curada estável e espuma permanente da invenção. Onde se faz referência a um "Polímero" nesta especificação, entenda-se que misturas de polímeros olefínicos com características físicas equivalente podem ser empregadas com efeito igual e são consideradas incluídas na nossa descrição da invenção.

[0026] Uma classe particularmente preferida de Polímero quando usado sem outros polímeros ou aditivos formadores de película, caracteriza-se por exibir um tipo particular de gráfico de DSC do calor absorvido de Polímero. Na classe preferida, o calor absorvido observado exibe um declive relativamente suave quando a temperatura de varredura aumenta depois da máxima absorção de calor (isto é, o último ponto de inflexão na curva de DSC, por exemplo, ponto A encontrado na Figura 1, onde a declividade de curva torna-se positiva e a curva então retorna ao estado de linha de base). Isto retrata

um polímero de faixa de fusão ampla outro que não um polímero tendo o que é geralmente considerado para ser um ponto de fusão nítido.

[0027] Consequentemente, a temperatura de secagem de espuma não curada preparada a partir de tal Polímero preferido pode ser mantida mais facilmente no ou próximo de um ponto (por exemplo, ponto B na Figura 1) na curva de absorção de calor uma distância significativa do retorno à temperatura de linha de base em cujo ponto uma parte máxima, mas não todas, das porções cristalinas do Polímero são fundidas e permitem que as partículas restantes de Polímero fundam ou coalesçam via suas regiões amorfas. Naquele modo, mantendo tal temperatura durante o processo de secagem de espuma não curada a maior parte do Polímero funde sem uma perda completa de cristalinidade de Polímero e limite de resistência à tração resultante, e o colapso de bolha que do contrário resultaria, se todas as porções cristalinas do Polímero foram fundidas rapidamente. Um método para determinar a temperatura máxima em que para executar secagem de espuma não curada que está abaixo do ponto onde ocorreria tal perda de limite de resistência à tração, é para calcular uma temperatura ( $T_{x\%c}$ ) onde permanece aproximadamente x% de cristalinidade residual no Polímero selecionado. Para um dado Polímero, o fator usado para converter calor específico de fusão em porcentagem em peso nominal de cristalinidade naquele Polímero pode ser determinado a partir do calor de fusão absorvido (tal como representado por uma curva de DSC) para aquele Polímero. Para o polímero baseado em etileno designado como Polímero 1D na Tabela 1, um primeiro gráfico de calor de fusão absorvido é representado pela Figura 1.

Para preparar uma amostra para análise por DSC, uma amostra de espuma de Polímero ou de Polímero pode ser moldada por compressão, primeiramente, aquecendo a amostra até uma temperatura grande o suficiente para eliminar toda cristalinidade (cerca de 190°C para Polímero baseado em etileno e cerca de 230°C para Polímero baseado em propileno), e depois resfriando no molde de compressão numa taxa de 10°C/min. Antes da análise por DSC a amostra moldada por compressão então envelhecida por pelo menos dois dias, e preferivelmente por pelo menos uma semana, em temperatura ambiente. O calor absorvido DSC é, também, gerado usando uma taxa de aquecimento de 10°C/min. O fator usado para converter calor específico de fusão em porcentagem em peso nominal de cristalinidade para um dado polímero baseado em etileno é de 292 joules/grama (J/g) = 100% em peso de cristalinidade. A partir do gráfico de calor absorvido, um calor específico de fusão  $\Delta H_m$  do Polímero em J/g pode ser determinado integrando a área entre o gráfico de calor absorvido e a linha de base. Com o fator mencionado, calcula-se a cristalinidade total de uma amostra (unidade: % em peso de cristalinidade) como 100% vezes  $\Delta H_m$  dividido por 292 J/g. Usando este fator de conversão, 1% de cristalinidade residual corresponde a 2,92 J/g, 2% corresponde a 5,84 J/g, e assim por diante, para polímeros baseados em etileno.

[0028] Assim, usando esta relação, para o Polímero representado na DSC da Figura 1, define-se  $T_{x\%C}$  como a temperatura na qual o calor de fusão no lado de temperatura mais elevada da perpendicular baixada à linha de base em que temperatura corresponde a x% de cristalinidade. Tais cálculos (frequentemente referidos como cálculos de área parcial) são

facilmente executados usando software fornecido com um instrumento para DSC. Por isso,  $T_{1\%}$  refere-se à temperatura, determinada a partir do primeiro calor absorvido de DSC por cálculo de área parcial usando perpendicular baixada à linha de base, em que se obtém 1% de cristalinidade (por exemplo, 2,92 J/g para copolímero baseado em etileno). Para um polímero baseado em propileno, substitui-se um fator de 165 J/g de modo semelhante e usa-se para calcular a cristalinidade residual do polímero numa temperatura específica do calor absorvido representado pelo seu primeiro gráfico de calor DSC respectivo. Para prover o limite de resistência à tração e a cristalinidade residual adequados e evitar colapso de bolha de espuma não curada quando da secagem, alguém operaria apropriadamente em  $T_{x\%c}$  no gráfico de DSC que representa maior que cerca de 1, preferivelmente maior que cerca de 1,5 e mais preferivelmente maior que cerca de 2 por cento em peso e apropriadamente menor que cerca de 5, preferivelmente menor que cerca de 4 e mais preferivelmente menor que cerca de 3 por cento em peso, cristalinidade residual de Polímero, ou aproximadamente em algum lugar na região entre o ponto A e o ponto B no gráfico da Figura 1. Se for usada uma mistura, por exemplo uma mistura de polímero baseado em propileno com um polímero baseado em etileno, normalmente os polímeros tornar-se-ão imiscíveis ou parcialmente miscíveis e um polímero torna-se a fase contínua e o outro a fase não contínua. Para determinar uma faixa apropriada de temperatura de secagem, ela é a propriedade da fase polimérica contínua que depois alguém mede, usando o mesmo cálculo de área parcial de DSC tal como descrito acima, para determinar uma  $T_{x\%c}$  desejada.

Agentes dispersantes (Dispersantes)

[0029] Emprega-se o Dispersante numa quantidade maior que cerca de 1%, preferivelmente maior que cerca de 2% e mais preferivelmente maior que cerca de 3% até uma quantidade menor que cerca de 10%, preferivelmente menor que cerca de 8%, e mais preferivelmente menor que cerca de 5%, baseada no peso da dispersão aquosa do Polímero.

[0030] O Dispersante usado para criar a dispersão aquosa relativamente estável de partículas de Polímero na invenção variará dependendo da natureza do Polímero empregado. O mesmo Dispersante ou um Dispersante diferente pode ser usado para servir como o tensoativo de esponjamento sem cura na preparação subsequente da espuma não curada.

[0031] Os Dispersantes apropriados para o Polímero são sais de ácidos graxos de comprimento de cadeia carbônica maior que 12 e preferivelmente de 18 a 36 átomos de carbono. Os sais são sais de amônio ou de metais apropriadamente alcalinos do ácido graxo, preparados por neutralização do ácido com a base correspondente, por exemplo, NaOH, KOH, e  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Estes sais podem ser formados no sítio na etapa de dispersão, tal como descrito mais completamente abaixo. O Dispersante de ácido graxo apropriado é selecionado para servir como Dispersante para a etapa de fusão por extrusão de modo a atingir o tamanho médio de partícula desejado do Polímero, apropriadamente entre cerca de 0,2-25 microns e preferivelmente entre cerca de 0,5-10 microns. Experimentação rotineira pode determinar o tipo e a quantidade de Dispersante que provê uma dispersão do tamanho médio de partícula desejado.

Tensoativos de esponjamento sem cura



[0032] Criar e estabilizar a Espuma sem cura durante a etapa de esponjamento sem cura e secagem é executado apropriadamente por adição de um tensoativo de esponjamento sem cura à dispersão aquosa do Polímero quando se criar inicialmente a Espuma sem cura. Os tensoativos de esponjamento sem cura apropriados são selecionados principalmente, mas não se limitando a, de tensoativos catiônicos, não iônicos e aniônicos. Preferem-se os tensoativos aniônicos.

[0033] Tensoativos catiônicos tais como sais de aminas primárias, sais de diaminas, sais de amônio quaternário e aminas etoxiladas e similares podem ser usados, assim como tensoativos aniônicos tais como etoxilatos de alquil fenol, etoxilatos de álcool secundário linear de grupo alquila contendo mais que 8 átomos de carbono.

[0034] Os tensoativos aniônicos a serem usados na preparação da Esponja não curada a partir de uma Dispersão do Polímero criada anteriormente são selecionados apropriadamente de sais de ácidos carboxílicos e amidas de ésteres de ácidos graxos carboxílicos, preferivelmente ácidos graxos compreendendo de 12-36 átomos de carbono, por exemplo, ácido láurico ou esteárico, palmítico, mirístico, oléico, linoleico, ricinoleico, erúcico e similares. Os mais preferidos são aqueles ácidos graxos compreendendo de 12-24 átomos de carbono, particularmente seus sais de amônio, de alcanolamina ou de metal alcalino (muitíssimo preferivelmente sódio ou potássio). Quando se deseja um bom "toque" ou textura como tecido na espuma não curada acabada, emprega-se, preferivelmente, um derivado de ácido graxo saturado (por exemplo, o sal de ácido esteárico ou palmítico). Outros

tensoativos aniônicos apropriados incluem sulfonatos de alquil benzeno, sulfonatos de n-alcano secundário, sulfonatos de alfa-olefina, sulfonatos de óxido de dialquil difenileno, ésteres sulfossuccinatos, isetionatos, sulfatos(álcool) de alquila linear e sulfatos de éter de álcool linear. Entenda-se que estes tensoativos de esponjamento sem cura podem ou não ser diferentes daqueles usados para preparar a dispersão. Estes tensoativos servem tanto para assistir a formação de Espuma não curada como para ajudar a estabilizar a espuma não curada. Os tensoativos de esponjamento sem cura muitíssimo preferidos, quando requeridos, são os sais de metal alcalino (mais preferivelmente sódio ou potássio), de mono-, di- e tri-alcanolamina (mais preferivelmente mono-, di- ou trietanolamina) e de amônio de sulfato de laurila, sulfatos de dodecil benzeno, sulfatos de etoxi álcool, isetionatos, e o sal dibásico de N-octil-decil-sulfossuccinimato, assim como misturas dos mesmos.

#### Etapas de dispersão

[0035] O Polímero é apropriadamente disperso em água adicionando-se o Polímero e o(s) Dispersante(s) selecionado(s) nas quantidades desejadas e de modo dosado, ao alimentador de uma extrusora biaxial de polímero onde eles são amassados fundidos numa temperatura de cerca de 230°C (cerca de 430°F). Preferivelmente, quando se usa um Polímero olefínico baseado em etileno, amassa-se fundido um ácido graxo de cadeia longa com mais de 18 átomos de carbono com o Polímero. Depois se adiciona água deionizada e base (por exemplo, KOH) suficiente para formar no sítio o sal de ácido graxo de Dispersante a cerca de 165°C (~330°F) para a fusão numa pressão de pelo menos cerca de 2.800 kPa (410 psi) para

produzir a Dispersão. A pressão no interior do barril de extrusora é mantida acima da pressão de vapor saturado de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 3.500 kPa (aproximadamente 20 a 35 atmosferas) para evitar "escapamento de gases" através do espaço entre o barril e a hélice da extrusora, assegurando que o espaço está essencialmente preenchido pela Dispersão. Em seguida dilui-se a Dispersão com água deionizada num orifício separado a jusante no barril de extrusora a cerca de 193°C (~380°F) e a cerca de 1.400 kPa (~14 atmosferas) para produzir uma Dispersão final contendo cerca de 67 por cento de sólidos. A Dispersão é conduzida da extrusora e recolhida, após passar através de uma zona de resfriamento brando para impedir escape da água da dispersão, numa temperatura de cerca de 94 °C (~200°F).

#### Preparação de espuma não curada

[0036] Prepara-se uma espuma não curada a partir da Dispersão do Polímero usando um processo de misturação de alto cisalhamento para conduzir ar ou outro gás na fase aquosa da Dispersão. A quantidade de ar ou de outro gás (onde seja desejável um gás além de ou outro que não ar) a ser incorporado na espuma não curada compreende apropriadamente pelo menos 80, preferivelmente pelo menos 85, e mais preferivelmente pelo menos 90 por cento em volume da espuma não curada resultante. Em geral, todos os componentes a serem usados na manufatura da espuma não curada são misturados uns aos outros com leve agitação para evitar ar aprisionado. Quando os ingredientes estiverem bem misturados, submeter-se-á a composição a misturação mecânica de alto cisalhamento. Durante esta etapa a viscosidade aparente aumenta quanto mais ar for aprisionado no interior da fase aquosa contínua. A

misturação continua até se formar uma espuma não curada espessa não capaz de fluir. Geralmente, isto produz uma espuma não curada com densidade menor que cerca de 100 g/L. O tempo para atingir este estágio varia com a quantidade e com o tipo de tensoativo de esponjamento sem cura e da quantidade de cisalhamento mecânico. Pode-se usar qualquer dispositivo de mistura mecânica capaz de bater ar numa dispersão aquosa espessa, tal como misturador manual/batedeira de cozinha, misturador Hobart preparado com chicote de arame ou numa escala maior um espumante de duas hélices Cowie Riding (Cowie Riding Ltd., Patente G.B. 1.390.180). Os espumantes comerciais permitem também injetar ar na sua cabeça de mistura de alto cisalhamento a fim de obter uma espuma não curada de muito baixa densidade (menor que 50 g/L).

#### Aditivos

[0037] A espuma da invenção pode conter materiais de carga em quantidades dependentes da aplicação para a qual eles foram designados, variando de cerca de 2-100 por cento (base seca) do peso do componente de Polímero. Estes ingredientes opcionais podem incluir, mas não se limitam a, carbonato de cálcio, dióxido de titânio em pó, partículas poliméricas, esferas ocas de vidro, fibras poliméricas tais como monofilamentos principais baseados em poliolefinas e similares. Espuma designada para uso em artigos absorventes pode conter material volumoso absorvente de líquido, tal como fibra curta de algodão ou outra fibra celulósica distribuída uniformemente em toda a espuma polimérica. Embora não sejam tipicamente misturadas com a dispersão de polímero antes do esponjamento sem cura, devido à sua forte natureza absorvente de água, partículas finas de polímero superabsorvente

("SAP"), um polímero de acrilato levemente reticulado, podem ser distribuídas uniformemente na superfície da espuma não curada no exato momento em que ela entra no processo de secagem para prover uma espuma permanente com propriedades superabsorventes naquela superfície quando seca. Entretanto, se as partículas de SAP forem tratadas (por exemplo, com uma camada superficial de polímero de solubilidade em água retardada tal como, por exemplo, um hidroxipropilalquilcelulose éter ou uma resina de poli(óxido de etileno)), para reduzir a taxa inicial de partículas de absorvência de água até após a espuma não curada atingir o estado de espuma não curada seca, tais partículas de SAP de "absorvência retardada" podem vantajosamente ser adicionadas diretamente à dispersão de polímero antes de se iniciar o esponjamento sem cura.

[0038] Outros usos finais de espuma tal como acolchoamento, particularmente forro de assoalho, podem beneficiar-se da adição de cargas de baixo custo tal como carbonato de cálcio ou dióxido de titânio em pó, e cargas inertes semelhantes tais como fibras principais poliméricas. Tais aditivos e cargas podem aumentar a resistência física e/ou realçar a apresentação da espuma compósita resultante após secagem, assim como manter ou aumentar o impacto de espuma ou outras propriedades de absorção. Por exemplo, cerca de 1-25% de tal material de fibra celulósica de comprimento de fibra de cerca de 0,25-35 mm (cerca de 0,01-1,6 polegadas) e preferivelmente de cerca de 0,5-30 mm (cerca de 0,02-1,2 polegadas), pode ser adicionado sem prejuízo substancial no desempenho de absorção ou na integridade estrutural da espuma e de fato aumentar a durabilidade e a integridade estrutural

da Espuma. Em algumas aplicações de espuma, pode ser desejável incorporar um ou mais antioxidantes e/ou outros agentes estabilizantes para aumentar a resistência da Espuma em relação à oxidação e ao amarelamento devido à exposição a condições severas e intempéries.

[0039] Polímeros de látex sintético (por exemplo, redes acrílicas ou estirênicas) e/ou outros polímeros formadores de películas também podem ser utilizados como aditivos para a espuma não curada para formar espumas permanentes e estáveis e podem auxiliar no processamento da espuma não curada e na conversão para espuma contribuindo para aumentar a coalescência das partículas de polímero tanto em temperaturas de secagem mais baixas como em temperaturas de secagem mais elevadas. Se utilizadas, tais redes ou outros polímeros formadores de películas são apropriadamente empregados em níveis de cerca de 10-40 por cento, base peso seco, do polímero. Quando se incorporam aditivos na Espuma, eles são apropriadamente adicionados nas quantidades especificadas para a dispersão do Polímero antes de preparar a espuma não curada na etapa de esponjamento sem cura. Entretanto, tal como observado anteriormente, quando se deseja adicionar aditivos altamente higroscópicos ou solúveis em água (tal como SAP), eles são adicionados à superfície da espuma não curada imediatamente antes da etapa de secagem ou são injetados na espuma permanente acabada.

[0040] Outro aditivo que, preferivelmente, se inclui na espuma é um agente absorvente de odor, tal como carvão ativado, para comunicar propriedades absorventes de odor à espuma. A espuma pode então ser utilizada em várias aplicações onde tais propriedades são úteis, por exemplo, em

artigos absorventes de higiene pessoal, enxertos de sola de sapato, filtros de ar e similares. O agente absorvente pe apropriadamente utilizado numa forma particulada que é fisicamente incorporada na espuma e finalmente na espuma acabada. A espuma pode ser apropriadamente moldada ou cortada para obter artigos de várias formas para ajustar-se ao uso pretendido. Exemplificando, quando se emprega carvão ativado, as partículas são distribuídas uniformemente em toda a espuma não curada, apropriadamente por misturação mecânica na Dispersão e mantém-se tal distribuição na espuma acabada. O tamanho médio de partículas absorventes será selecionado tanto para se obter o máximo efeito absorvente assim como pela capacidade de manter tais partículas distribuídas uniformemente na espuma não curada antes da secagem completa para formar a espuma. O tamanho médio de partícula apropriado para carvão ativado é de cerca de 1 micrometro a cerca de 600 micrometros, preferivelmente maior que 10 micrometros, mais preferivelmente maior que 100 micrometros e preferivelmente menor que 400 micrometros, mais preferivelmente menor que 200 micrometros. A quantidade de carvão ativado a dispersar será selecionada de acordo com o uso final, mas tipicamente é de cerca de 2 a cerca de 18 por cento em peso baseada nos sólidos poliméricos secos na dispersão; preferivelmente a quantidade usada será maior que 4, preferivelmente maior que 8 por cento e preferivelmente menor que 12, mais preferivelmente menor que 10 por cento. Quantidades ótimas de outros materiais absorventes podem ser determinadas por teste simples e experimentação de erro, mas quantidades excessivas podem causar densidade excessiva de espuma não curada ou colapso de bolhas e serão evitadas.

Agentes estabilizantes de espuma não curada

[0041] Polímeros sintéticos e naturais formadores de espuma solúveis em água tais como aqueles selecionados alquil celulose éteres, hidroxialquil celulose éteres e hidroxialquil alquil celulose éteres, por exemplo, metil-celulose; hidroxipropil-metil-celulose (HPMC); hidroxietil-metil-celulose (HEMC); hidroxietil celulose (HEC); hidroxipropil hidroxietil celulose (HPHEC) e hidroxipropil-celulose (HPC), poli(óxido de etileno) (polímeros de óxido de etileno de alto peso molecular solúveis em água, preferivelmente de peso molecular de cerca de 20.000 ou maior, tais como resinas POLYOX); produtos naturais tais como goma guar, goma xantana e agentes espessantes solúveis em água semelhantes, servirão como agentes estabilizantes ("Estabilizantes") para a dispersão de Polímero esponjada sem cura. As quantidades utilizadas são de cerca de 0,05, preferivelmente de cerca de 0,1, e mais preferivelmente de cerca de 0,2 por cento, a cerca de 2 por cento, preferivelmente a cerca de 1, e mais preferivelmente a cerca de 0,5 por cento de estabilizante, baseadas no peso seco dos Polímeros.

Equipamento de Tratamento e Condições de Processo

[0042] A espuma não curada e a espuma da invenção podem ser preparadas usando qualquer equipamento apropriado normalmente empregado para formar espuma não curada de dispersões e líquidos aquosos e secar tais espumas não curadas. Qualquer dispositivo de agitação e mistura útil na preparação de dispersões aquosas de particulados pode ser utilizado na preparação da dispersão e em formulação subsequente e mistura com tensoativos e outros aditivos, tomando-se cuidado para evitar quantidades significativas de



arraste de ar na mistura antes do início do esponjamento sem cura. Uma batedeira de cozinha ou outro equipamento de misturação provido com lâminas é um dispositivo apropriado. Quando se prepara a mistura, pode-se usar o mesmo dispositivo ou um diferente para iniciar o arraste de ar na mistura aquosa formulada contendo o Polímero e outros aditivos. Um espumante especificamente designado tal como um espumante de duas hélices Cowie Riding pode ser usado para preparar a espuma não curada, de modo que se possa atingir o alvo desejado de 80-90 ou 95% em volume de conteúdo de ar na espuma não curada, dependendo da densidade desejada da Espuma final. A quantidade correta de conteúdo de ar e de espuma não curada pode ser facilmente determinada por alguns experimentos simples. Mede-se a densidade de espuma não curada extraíndo amostras da espuma não curada em copos de volume e de peso pré-determinados, pesando o copo cheio de espuma não curada e depois calculando a densidade da amostra. Em espumantes comerciais, o ar podem ser adicionado diretamente na cabeça de misturação para auxiliar o desenvolvimento de espuma não curada de baixa densidade. A velocidade do dispositivo de formação de espuma não curada (espumante) pode ser aumentada ou diminuída para atingir uma densidade de espuma não curada desejada.

[0043] A secagem da espuma não curada para formar a Espuma desejada pode ser executada por batelada ou de modo contínuo. Para secagem podem ser empregados dispositivos tais como fornos convencionais de secagem com circulação de ar forçada ou grupos de lâmpadas de aquecimento de raios infravermelho, ou dispositivos dielétricos de aquecimento, por exemplo, fontes geradoras de energia de frequência de rádio (operado

tipicamente em bandas de frequências permitidas na faixa entre 1-100 megaHertz) e de microondas (operadas tipicamente em bandas de frequências permitidas na faixa entre 400 a 2500 megaHertz), forrando um túnel ou câmara na qual, a espuma não curada pode ser colocada ou transportada através da mesma de modo contínuo. Pode-se, apropriadamente, empregar uma combinação de tais fontes de energia para secagem, ou simultaneamente ou aplicadas sequencialmente, para secar a espuma não curada formando a Espuma. O uso simultâneo de um dispositivo dielétrico e um forno de secagem com circulação de ar forçado é um modo preferido de operação, e para espessura de Espuma da ordem de aproximadamente 0,6 cm (um quarto de polegada) a secagem pode ser atingida tão rapidamente quanto 45-90 segundos quando se opera o forno com circulação de ar forçado a aproximadamente 75°C e um gerador de frequência de rádio aquece a espuma não curada numa temperatura interna de cerca de 45-50°C. A temperatura da operação de Secagem é selecionada de acordo com a natureza e a faixa de fusão do Polímero (determinada por DSC) empregada para preparar a Espuma, tal como descrito imediatamente abaixo. As bandas de frequência de aquecimento dielétrico, permitidas para uso industrial em vários países, são designadas em maiores detalhes na referência "Foundations of Industrial Applications of Microwave and Radio Frequency Fields", Rouse, G. & Pierce, J.A. (1995).

#### Etapas de secagem e de recuperação

[0044] A Espuma é apropriadamente preparada removendo o elemento líquido/aquoso de uma espuma não curada preparada da maneira ensinada pela invenção. Desejavelmente a quantidade de colapso volumétrico de espuma não curada durante esta

conversão será minimizada. Geralmente, Espumas terão perdas volumétricas de não mais que cerca de 30% durante o processo de secagem. As espumas não curadas da invenção são secas e convertidas apropriadamente em Espumas da invenção aquecendo-as num forno de secagem com circulação de ar forçado, em temperaturas selecionadas para secagem ótima. Tipicamente a espuma não curada é aquecida a uma temperatura entre 60 e 120°C (entre ~140 e 250°F). Quando a natureza do Polímero permite, conduz-se o processamento em temperatura máxima possível para remover água da espuma não curada tão rapidamente quanto possível sem destruir a viscosidade do Polímero na superfície das bolhas da espuma não curada ou causar colapso significativo (por exemplo, mais que 30 por cento em volume) da espuma não curada parcialmente seca. Tipicamente, é desejável executar a etapa de secagem numa temperatura que se aproxime, mas sem ultrapassar a faixa de fusão do Polímero. A condição desejada é obter uma temperatura onde as regiões amorfas no Polímero podem começar a coalescer, ao mesmo tempo em que, as pseudo-reticulações criadas pelas regiões cristalinas na mesma sejam ainda capazes de comunicar viscosidade suficiente ao Polímero aquecido para evitar ou pelo menos minimizar colapso da espuma não curada antes da espuma tornar-se completamente "seca" em sua forma e dimensões finais e pelo menos 95 por cento em peso da água na espuma não curada ter sido expulsa.

[0045] Determina-se a faixa de fusão de um Polímero por técnicas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e as temperaturas agrupadas na região da endoterma de DSC, ou a endoterma final se existir mais de uma, exatamente antes de um retorno à linha de base no gráfico de varredura DSC é a

faixa de temperatura na qual a secagem da espuma não curada formar a Espuma acabada será executada. Tal como descrito anteriormente, os Polímeros particularmente preferidos, quando usados sem outros polímeros ou aditivos, são caracterizados por exibirem um gráfico de DSC desejável específico de suas endotermas.

[0046] Em tais Polímeros, a endoterma desejada exhibe declive positivo relativamente gradual quando a temperatura de varredura aumenta passada a endoterma máxima final (isto é, o último ponto de inflexão, representado pelo ponto A numa curva de DSC na curva da Figura 1, numa curva de DSC onde depois a declividade de curva torna-se positiva e a curva retorna ao estado de linha de base). Isto reflete um polímero de faixa de fusão ampla outro que não um polímero tendo o que geralmente se considera um ponto de fusão nítido. Consequentemente, a temperatura de secagem para um Polímero pe melhor mantida num ou próximo de um ponto (por exemplo, representado pelo ponto B na Figura 1) na curva endoterma a uma distância significativa do retorno à posição de linha de base em cujo ponto a maior parte, mas não todas as porções cristalinas o Polímero funde e partículas de Polímero fundem/coalescem. Durante o processo de Secagem, mantendo tal temperatura, a maior parte do Polímero funde sem uma perda completa de limite de resistência à tração de Polímero e o colapso de bolha que de modo contrário aconteceria, se todas as porções cristalinas do Polímero fundissem rapidamente.

[0047] Quando se executa a Secagem com uma fonte dielétrica de aquecimento (por exemplo, um gerador de microondas), é desejável assegurar que o líquido usado para prover o elemento aquoso de uma espuma não curada contenha

pelo menos traços de material iônico. Isto pode ser executado pelo uso de um tensoativo iônico como o Dispersante ou tensoativo de esponjamento não curado ou adicionando uma pequena quantidade (por exemplo, 100 ppm) de sais eletrolíticos de metais alcalinos solúveis em água, tais como acetato de sódio, bicarbonato de potássio e similares, à Dispersão antes ou durante a formação de espuma não curada. Quando se emprega uma mistura de Polímero com aditivos (incluindo misturas com outros polímeros formáveis termicamente) na preparação da espuma não curada e da espuma da invenção, primeiramente, gera-se, de modo apropriado, um gráfico de DSC para a mistura. Daquele gráfico a endoterma da mistura pode ser observada e, conseqüentemente, determina-se a faixa de fusão final da mistura e uma temperatura de secagem apropriada para converter a espuma não curada na espuma permanente selecionada.

[0048] Num método preferido para produzir a Espuma, a espuma não curada é adicionada continuamente sobre um dispositivo transportador a partir da qual a Espuma será recuperada. Alternativamente, a espuma não curada pode ser adicionada diretamente sobre um substrato o qual, quando seco, aderirá para formar uma estrutura laminada com a Espuma resultante sobre pelo menos um lado daquela estrutura. Se desejado, um substrato pode ser aplicado em cada superfície maior da espuma não curada provendo um "sanduíche" da Espuma resultante, ou múltiplas camadas de Espuma, separadas por um ou mais elementos de substrato podem ser rapidamente fabricadas alternando Espuma/substrato/Espuma/substrato, etc. Com respeito à escolha, quer a Espuma quer o substrato pode prover as camadas externas da estrutura laminada, ou pode-se

selecionar uma camada externa de cada tipo, como pode ser rapidamente percebido e preparado pelo técnico. Entretanto, tipicamente, a Espuma pode ser fixada num substrato desejado de qualquer maneira convencional, por exemplo, por meio mecânico, por uso de adesivos, por laminação a quente, etc.

[0049] Num método particularmente preferido, a espuma não curada pode ser adicionada num substrato movendo-se continuamente (ou múltiplas camadas de substrato/Espuma/substrato, etc são colocadas em modo contínuo) e a etapa de Secagem é executada num modo contínuo outro que não por batelada. Mais preferivelmente a etapa de Secagem emprega pelo menos duas fontes de energia, e que ainda mais preferivelmente são aplicadas de modo contínuo. Muitíssimo preferivelmente as pelo menos duas fontes de energia são configuradas de modo a permitir que a Secagem seja executada ou através de exposição simultânea ou por exposição sequencial da espuma não curada em relação àquelas fontes de energia para secagem.

[0050] Uma incorporação particularmente preferida da invenção é adicionar continuamente a espuma não curada num substrato, que possui ele mesmo propriedades absorventes de fluidos e ao qual o Polímero na espuma não curada pode ser ligado rapidamente quando aquecida. A secagem produz então uma estrutura de espuma laminada que cria uma estrutura coesiva compreendendo duas camadas de materiais absorventes diferentes. Uma estrutura laminada com propriedades de capacidade absorvente de fluido e/ou torcedura em cada camada de laminado é assim formada a partir da qual artigos absorventes úteis podem ser fabricados. Por exemplo, como tal uma camada de substrato de espuma polimérica termoplástica

pré-formada de estrutura desejada de células abertas e de tamanho de célula desejado pode servir como substrato base. Preferivelmente, tal camada de substrato é feita principalmente do mesmo material termoplástico constituinte da espuma não curada.

[0051] Um meio para se obter uma tal estrutura de duas camadas é preparar uma primeira espuma não curada da invenção, secá-la numa espuma resultante e conformá-la apropriadamente para uso como a primeira camada substrato. Depois, sobre aquele primeiro substrato de espuma, coloca-se uma segunda espuma não curada (igual ou diferente da primeira) e secar a segunda espuma não curada para formar a segunda camada de espuma.

[0052] Alternativamente, preparam-se duas espumas não curadas e a primeira espuma não curada é preparada com uma resistência compressiva vertical, tal que a segunda espuma não curada pode ser colocada no topo da primeira camada de espuma não curada sem uma redução significativa no volume da primeira camada de espuma não curada. Um meio para conseguir resistência compressiva vertical suficiente na primeira camada de espuma não curada é selecionar uma primeira espuma não curada tendo uma densidade maior do que a daquela da segunda camada de espuma não curada a ser colocada sobre a primeira. Outro meio de obter a resistência compressiva vertical desejada é secar parcialmente a superfície maior exposta da primeira camada de espuma não curada suficientemente apenas para produzir uma película suficiente para suportar o peso da segunda camada de espuma não curada sem redução significativa no volume da primeira espuma não curada. Ambas as camadas de espuma não curada são então

completamente secas simultaneamente à espuma, resultando numa estrutura laminada de Espuma de duas camadas. Em outra variante da invenção, prepara-se a primeira camada de Espuma a partir de uma espuma termoplástica extrudada de células abertas de uma material de mesma ou similar natureza compatível daquela empregada na formação da espuma não curada a ser colocada sobre a primeira Espuma. Alternativamente, prepara-se a primeira camada de Espuma de um tipo diferente ainda compatível de Espuma de células abertas (por exemplo, uma espuma de poliuretano de células abertas), depois se coloca uma camada de espuma não curada (por exemplo, uma espuma não curada de poliolefina de células abertas) sobre aquela primeira Espuma produzindo uma útil estrutura de Espuma de duas camadas.

[0053] Em qualquer uma das incorporações de laminado estruturado da invenção, duas camadas diferentes de Espuma tendo estruturas de tensão superficial diferenciada, por exemplo duas arquiteturas celulares diferentes ou Espumas de tamanhos médios de células diferentes, preferivelmente são selecionadas para a primeira e segunda Espuma de uma estrutura laminada. Por causa da natureza igual ou semelhante do Polímero base nas camadas de Espuma, forma-se uma ligação adequada entre as mesmas de modo que um laminado estruturado se forma exibindo uma propriedade de torcedura e/ou de absorção selecionada em cada camada da estrutura devido à tensão superficial diferente da Espuma em cada camada.

[0054] Espuma tendo, internamente, diferentes arquiteturas celulares é uma incorporação preferida de uma estrutura exibindo tensões superficiais diferenciadas. Tal estrutura provê uma capacidade de torcedura e/ou de absorção



diferenciada em camadas distintas da estrutura. A estrutura de espuma de dupla camada de poliolefina/poliuretano mencionada acima, é um exemplo de tal arquitetura celular diferenciada. Outra incorporação da invenção, e especialmente preferida, é uma Espuma que possui uma porção maior de células substancialmente elipsoidais, e tendo seu eixo maior alinhado paralelamente à Superfície Maior, e situando-se num plano xy da Espuma. Tal Espuma pode ser preparada submetendo a Espuma permanente a aquecimento brando aplicando, ao mesmo tempo, pressão uniformemente em pelo menos uma superfície da Espuma de modo a orientar as células. Preferivelmente, a porção maior das células superficiais na Espuma resultante se torna estavelmente conformada numa forma geralmente elipsoidal, o eixo maior de tais células elipsoidais estando geralmente alinhado com o plano xy e aproximadamente paralelo a uma Superfície Maior da Espuma.

[0055] Um método de atingir tal formatação celular elipsoidal e orientação de eixo maior é submeter a Espuma permanente, preferivelmente logo após sua secagem, a uma temperatura na extremidade inferior ou pelo menos substancialmente abaixo da extremidade superior da faixa de fusão de seus polímeros componentes. Aquece-se a Espuma a uma temperatura próxima da extremidade inferior da faixa de fusão, provendo calor suficiente para amolecer pelo menos uma superfície da Espuma sem iniciar colapso de Espuma, ao mesmo tempo aplicando horizontalmente e uniformemente uma pressão modesta naquela superfície. Aplica-se calor e pressão suficiente para fazer com que o diâmetro de tais células pelo menos na ou próximo de tal superfície reduzindo ao longo de seu eixo z, fazendo assim elas assumirem a forma de uma bola

de praia "achatada" e conferindo uma forma elipsoidal àquelas células com o eixo maior (mais longo) da célula tridimensional orientada geralmente perpendicular ao eixo z e num plano xy da Espuma. Embora células abaixo da superfície da Espuma à qual se aplica pressão e calor também possam ser "achatadas" em elipsóides, não será necessário fazê-lo numa profundidade maior que cerca de 2 a 25 por cento da espessura da Espuma se houver a intenção de usar a Espuma como um núcleo de camada única tanto para absorção como para distribuição de fluido em, por exemplo, um artigo de higiene pessoal, isto é, compressão da Espuma necessária apenas de cerca de 2, preferivelmente maior que cerca de 5 e mais preferivelmente maior que cerca de 7, a menos que 25, preferivelmente a menos que cerca de 20 e mais preferivelmente a menos que 15 por cento na espessura. Espumas com tal compressão provêm capacidades de torcedura surpreendentemente melhoradas sobre aquelas que não possuem uma porcentagem significativa de suas células reorientadas na estrutura elipsoidal. Se a intenção é usar uma Espuma principalmente como uma camada/componente de distribuição num artigo, pode ser desejável uma compressão maior que 50 por cento, para se atingir a reorientação da maior parte das células na forma celular elipsoidal.

[0056] Na prática, para uma Espuma baseada em polietileno descrita posteriormente em incorporações preferidas, atinge-se a reorientação de células na forma elipsoidal aquecendo pelo menos uma superfície numa temperatura de cerca de 40 a cerca de 60°C aplicando simultaneamente uma pressão apropriada. Tal pressão apropriada típica (pressão manométrica) de cerca de 240 kPag a cerca de 830 kPag (cerca

de 35 a cerca de 120 psig) e preferivelmente de cerca de 310 kPag a cerca de 620 kPag (cerca de 45 a cerca de 90 psig) provê uma Espuma com estrutura celular elipsoidal suficiente na ou próximo da superfície para melhorar várias vezes as capacidades de torcedura vertical em relação à mesma Espuma não modificada e, na forma otimizada, tais Espumas modificadas podem exibir uma altura de torcedura vertical para solução salina a 0,9% em excesso de 8 e ainda de 10 cm.

[0057] Embora ambas as Superfícies Maiores de uma Espuma possam ser tratadas para prover células com forma elipsoidal, seja geralmente suficiente, quando se desejam numa Espuma tanto atributos de distribuição como de absorção de fluido, tratar somente uma das Superfícies Maiores por causa do propósito principal é atingir um perfil de absorção diferenciado nas duas Superfícies Maiores opostas. Então pode ser vantajoso tratar simultaneamente ambas as Superfícies Maiores, se posteriormente a Espuma for cortada longitudinalmente e aproximadamente ao longo do plano xy médio entre as duas Superfícies Maiores da Espuma, tal como descrito em maiores detalhes abaixo, para prover duas "metades" de folhas de Espuma com tamanho de células e perfis absorventes similares e gradientes de arquitetura da Superfície Maior original ao centro original da camada de Espuma.

[0058] Outros substratos com os quais a Espuma da invenção pode ser combinada para formar artigos coesivos são produzidos preferivelmente do mesmo polímero quando compreende principalmente a espuma não curada ou outro também capaz de ligar-se rapidamente a ele. Exemplos ilustrativos de substratos apropriados são tecidos trançados ou não

trançados; estruturas soltas de substrato que são geradas num processo de ligação por repuxo de material fundido ou uma estrutura não tecida de sopro de matéria fundida ou sulcos aéreos ou uma estrutura gerada por outras técnicas semelhantes de fabricação; uma tela tecida relativamente aberta; uma folha celulósica (por exemplo, papel, papelão e similares); lã isolante de fibra de vidro e artigos derivados em folha; folha ou película termoplástica, tal como uma fralda ou folha de forro de produto de higiene feminina; película ou folha plástica metalizada laminada tal como usada para forrar um material de espuma isolante, uma tela ou tecido de forro de tapete, e similares.

[0059] Se desejado, uma espuma não curada ou camadas múltiplas de espuma não curada podem ser formadas num perfil moldado forçando a espuma não curada através de uma matriz ou outra estrutura moldada indutora de perfil, antes de se executar a etapa de secagem. Pode-se executar uma etapa de estampagem pode ser executada por aplicação de elementos moldados na esteira transportado para a espuma não curada durante a secagem, ou mais tarde numa etapa de estampagem térmica separada por aplicação de roda ou correia carregando elementos moldados aquecidos para uma superfície maior da Espuma. Noutra incorporação, a espuma não curada pode ser colocada numa forma de molde aquecida na qual se provêm canais para conduzir vapor d'água gerado da espuma não curada para a atmosfera ambiente. Com frequência, são desejados artigos moldados de Espuma que têm uma forma particularmente desejada e que serão depois úteis na fabricação de artigos absorventes, particularmente em aplicações médicas e higiênicas, conformáveis ao corpo.

### Etapa de corte da Espuma

[0060] Embora as Espumas da invenção possam ser utilizadas diretamente quando secas e assentadas, particularmente em operações comerciais onde uma folha de espuma não curada e a Espuma resultante possam ser produzidas continuamente, frequentemente deseja-se formar uma Espuma permanente de aproximadamente duas vezes a espessura da Espuma a ser usada no artigo acabado. Nesse caso corta-se a Espuma ao longo do eixo da direção de fluxo contínuo em duas folhas de Espuma de aproximadamente a mesma espessura.

[0061] Devido ao fato de que uma espuma normalmente secará mais rapidamente em suas superfícies expostas externas que no interior da espuma, o tamanho das células abertas nas superfícies externas quando secas normalmente será menor que o tamanho das células no interior. Isto é resultado do fato de que haverá uma determinada quantidade de coalescência de bolha e aumento de diâmetro de bolha durante a etapa de secagem. O tamanho das bolhas/tamanho de célula final é função do tempo requerido para secar a espuma não curada e para as partículas de Polímero se unirem para formar paredes celulares na Espuma final. Quanto mais longo o tempo, mais coalescência de bolhas ocorrerá, maior será o aumento de diâmetro de bolha e maior será o tamanho de célula final na Espuma acabada. Assim, a menos que se possa obter uma secagem uniforme em toda a Espuma haverá algum gradiente de tamanho de células da superfície para o interior da Espuma quando formada. Este resultado é desejável em muitas aplicações tal como isolamento acústico, e em aplicações absorventes onde a espuma necessita coletar fluido rapidamente, ainda eliminar fluido de uma superfície de espuma, por exemplo, em fraldas,

artigos para incontinência em adultos e artigos de higiene feminina, como objetivo final. Após o corte da Espuma ao longo de um plano xy aproximadamente na metade entre as Superfícies Maiores (ou "centro da Espuma"), os dois pedaços resultantes de Espuma exibirão o gradiente de tamanho celular de uma superfície à outra de modo espelhado para cada metade da folha de Espuma cortada. No uso da Espuma cortada para aplicações de torcedura, orienta-se a Espuma de modo que as células maiores de uma Superfície Maior contatarão inicialmente a solução aquosa a ser absorvida e depois a ação capilar das células crescentemente menores movendo-se na direção da outra superfície maior fará com que a solução seja absorvida da primeira superfície maior e seja distribuída mais próxima da segunda superfície maior. O resultado é uma superfície mais seca próxima do ponto de contato inicial com a Espuma, provendo o efeito desejado em tais aplicações médicas e higiênicas, fraldas da Espuma.

[0062] Para uso em artigos absorventes, uma Espuma exibindo um gradiente de tamanho de célula entre as duas Superfícies Maiores é altamente desejável, células maiores numa Superfície Maior permitindo uma coleta rápida de insultos de fluido e células menores na outra Superfície Maior conferindo uma ação de torcedura num artigo final para mover fluido para fora do sítio de insulto. Apropriadamente, o gradiente de tamanho de célula é tal que a maior parte das células situam-se numa faixa de cerca de 5, preferivelmente de cerca de 10 microns (micrometros) numa Superfície Maior de Espuma cortada a cerca de 1000, preferivelmente a cerca de 1100 microns na outra Superfície Maior. Normalmente, encontra-se a maior parte das células numa Superfície Maior

numa faixa entre cerca de 20 a cerca de 100 microns e a maior parte das células na outra Superfície Maior se encontram na faixa entre cerca de 200 a cerca de 1000 microns; mais preferivelmente o dito gradiente varia de células variando entre cerca de 30 e cerca de 80 microns numa Superfície Maior e entre cerca de 250 e cerca de 800 microns na outra Superfície Maior, e muitíssimo preferivelmente o dito gradiente varia de cerca de 30 numa Superfície Maior a cerca de 80 microns na outra Superfície Maior.

[0063] O gradiente de tamanho de célula pode ser influenciado por secagem mais rápida ou mais lenta da Espuma Não Curada, geralmente com a secagem mais lenta resultando numa Espuma de gradiente de tamanho de célula mais amplo e secagem mais rápida numa de gradiente de tamanho mais estreito. Além de um estabilizante de Espuma Não Curada mais eficaz, tal como éteres de hidroxialquil celulose, ou aditivo formador de película tal como látex estirênico, pode resultar também numa Espuma com um gradiente de tamanho de célula mais estreito. O corte da camada de Espuma de uma estrutura laminada de substrato/Espuma/substrato pode produzir dois laminados de Espuma/substrato, com cada um dos laminados de estrutura semelhante. Outras variações neste mesmo conceito podem ser previstas pelo técnico treinado.

[0064] Tamanho de células de Espuma e Métodos de mensuração/cálculo

[0065] Determina-se o tamanho de células na Espuma permanente obtendo primeiro uma imagem das células usando um microscópio eletrônico de varredura (SEM) para prover uma imagem em branco e preto de superfícies ou de seções transversais da Espuma. A imagem de SEM é então submetida à

varredura de imagem eletrônica e os dados de varredura são analisados por software de imagem SCION obtível de SCION Corp. para prover um gráfico de tamanho de célula para uma dada área de imagem. Os dados podem ser exibidos graficamente para análise posterior como uma função da distância ao longo de um eixo escolhido da imagem B/W a partir da qual coletou-se a entrada para mostrar visualmente a natureza estrutural da Espuma.

#### Procedimentos de teste

[0066] Salvo se indicado de modo contrário, empregam-se os seguintes procedimentos de teste para medir características/desempenho das amostras de Espuma.

#### Altura de torcedura vertical ("VWH") de Espuma

[0067] Emprega-se este teste para quantificar a capacidade de uma célula aberta para mover fluido para fora de um sítio de insulto (isto é, o ponto de contato pelo fluido de "insulto" a ser torcido para fora). Adere-se uma tira amostra da Espuma, de aproximadamente 2,54 cm (~1 polegada) de largura e de aproximadamente 30,5 cm (~12 polegadas) de comprimento numa placa plástica usando uma fita de dupla face e posicionada adjacente e paralela, na direção maior, a uma régua graduada ou outra ferramenta de mensuração semelhante tal que o fundo da tira é posicionada com a marca indicadora 0 na régua graduada. Então se suspende a placa com amostra sobre um banho da solução aquosa salina a 0,9% que contém uma quantidade mínima de uma corante de alimento (para auxiliar a observação do movimento da parte anterior de fluido na tira de espuma). No instante "zero" o banho é levantado para contatar exatamente a borda inferior da tira de Espuma. A altura da borda inferior da tira, da parte da frente de



fluido na superfície de tira é anotada em intervalos de tempo selecionados, geralmente a 2, 5, 10, 30 e 60 minutos. Para rapidez e simplicidade, a VWH após 5 minutos é frequentemente medida e anotada. Em alguns casos, quando a tira de amostra é menor que 30 cm, a torcedura pode ultrapassar a altura da tira. Em tais casos, o comprimento da tira é indicado seguido por um sinal "+" para indicar que a VWH ultrapassa a altura da amostra.

#### Capacidade de Absorção ("AC")

[0068] Determina a Capacidade de Absorção usando uma amostra de espuma pesada previamente (peso seco). A amostra é completamente imersa num banho da mesma solução aquosa de teste a 0,9%. Uma vez completamente saturada, ela é removida do banho com pinças ou com uma espátula. Coloca-se a amostra numa peneira de arame grosso onde se permite drenar o excesso de fluido até cessar o fluxo de fluido visível da amostra e pesa-se a amostra de Espuma saturada para estabelecer o "peso seco". Então se calcula a AC dividindo a diferença [peso úmido - peso seco] pelo peso seco da tira.

#### Incorporações específicas da invenção

[0069] Todas as porcentagens são informadas em peso, salvo se estabelecido de modo contrário.

[0070] A Tabela 1 resume as composição e propriedades de vários copolímeros de etileno que são úteis para a preparação de Espuma não curada e de Espuma. Descrevem-se exemplos de copolímeros de etileno/1-octeno e de etileno/1-butenos. Os Exemplos de 1 a 5 demonstram a dispersão do Polímero, esponjamento não curado da dispersão de Polímero, secagem da Espuma não curada para formar a Espuma permanente e a capacidade da Espuma para absorver e torcer soluções aquosas

salinas (por exemplo, amostras de urina sintética e de sangue sintético, ou "insultos").

Tabela 1

Designação de Polímero	Composição de polímero		
	Conteúdo de etileno/1-octeno (*outro)	Densidade (g/cm³)	Índice de fusão ASTM D 1238 [190°C/2,16 kg] (g/10 min)
1*	55/45	0,857	1
1B	58/42	0,864	13
1C	60/40	0,870	30
1D	32/38	0,870	5
1E	65/35	0,875	3
1F	67/33	0,880	18
1G	69/31	0,885	30
1H	78/22	0,902	30
1J	80/20	0,902	3
1K	70/30*	0,885	5

\* (etileno/1-buteno)

Exemplo 1

Dispersão

[0071] Prepara-se uma dispersão de um copolímero de etileno/1-octeno a partir de Polímero 1D (Tabela 1 acima), um copolímero tendo um conteúdo de etileno/1-octeno de 68/32 por cento (elastômero ENGAGE 8200 que é fornecido por DuPont Dow Elastomers), e tendo uma densidade de 0,870 g/cm³ e um índice de fusão de 5 g/10 min (determinado pelo método ASTM D 1238 condição 190°C/2,16 kg). Da maneira descrita anteriormente sob o título "Etapas de Dispersão", alimenta-se 10.000 partes do copolímero no alimentador da extrusora de polímero juntamente com 640 partes (peso ativo) de dispersante (UNICID 350, um dispersante contendo um ácido graxo de cadeia de 26 átomos de carbono como componente ativo) e amassado fundido por uma extrusora de hélice única a cerca de 220°C (~430°F). Depois no barril da extrusora de duas hélices adicionam-se 70

partes de hidróxido de potássio em 850 partes de água deionizada à mistura de polímero/dispersante sob pressão e numa temperatura de cerca de 165°C (~330°F). Quando a mistura atravessa o barril de extrusora, adiciona-se água deionizada adicional até produzir uma dispersão final de cerca de 59% de sólidos. A dispersão resultante é resfriada até cerca de 94°C (~200°F) antes de deixar a extrusora e depois recuperada.

#### Preparação de Espuma não curada

[0072] Numa cuba de misturação convencional mistura-se uma amostra de 196,5 partes da dispersão acima descrita (51% ativa ou 100 partes de Polímero sólido) com 3,25 partes de uma solução a 30% (0,98 parte ativa) do tensoativo de esponjamento não curado selecionado (lauril sulfato de sódio) e com 8 partes (0,33 parte ativa) de uma solução aquosa a 2,5% do éter de hidroxialquil celulose METHOCEL E4M, espessante de hidroxipropil-metil-celulose fornecido por The Dow Chemical Company, em 100 partes de água deionizada. Preparam-se pequenas amostras de espuma não curada com um misturador manual de velocidade 9 Kitchen Aid Professional (modelo KMH9PWH) e preparam-se amostras maiores com um misturador Kitchen Aid Professional, misturador de pedestal tipo Hobart (Modelo KSM50PWH) e um par de batedores de arame.

[0073] Após preparar a mistura inicial, conduz-se ar por esponjamento não curado mecânico usando os mesmos misturadores, mas adaptado com um chicote de arame e aumentando a velocidade do misturador média para alta por um período de aproximadamente 5 a 10 minutos, até formar uma espuma não curada consistente. Mede-se a densidade da espuma não curada pesando um copo de papel de 89 mL (3 onças) cheio

de espuma. Atingida a densidade desejada, interrompe-se a chicotada.

#### Preparação de Espuma/Secagem

[0074] A espuma não curada preparada tal como descrita acima é espalhada em papel de liberação suportado por uma folha de tela mais rígida e alisada até uma altura de cerca de 6,4 mm (~0,25 polegada) ou como desejado. A espuma não curada é colocada num forno de ar forçado Blue M em temperatura de secagem de aproximadamente 60 a 74°C (~140 a 165°F) por cerca de 65 minutos. A folha de espuma seca é recuperada e cortada no sentido do comprimento ao longo do eixo que é paralelo às duas superfícies maiores para produzir duas folhas de imagem especular de espuma tendo tamanhos de células variando de cerca de 30 a cerca de 100 microns em suas superfícies externas, e tamanho de célula maior variando de cerca de 250 a 800 microns em suas superfícies maiores internas.

#### Exemplo 2

[0075] Preparam-se amostras de dispersões, espumas não curadas e espuma da maneira descrita no Exemplo 1. O estabilizante de espuma não curada, quaisquer aditivos e tensoativos, a composição das dispersões e as propriedades das Espumas estão descritas nas Tabelas 2 e 3 seguintes. O Polímero é selecionado de uma série ampla de elastômero ENGAGE (resina de copolímero de etileno/1-octeno), um produto obtenível de DuPont Doe Elastomers, ou um copolímero análogo da mesma fonte com 1-octeno substituído por 1-butenos. O Dispersante UNICID 350 é um ácido graxo de 26 átomos de carbono (comprimento médio de cadeia). O dispersante UNICID 425 é um ácido graxo de 26 átomos de carbono (comprimento

médio de cadeia). Os ácidos graxos são utilizados na forma de seus sais de potássio formados na etapa de extrusão descrita acima. O tensoativo de esponjamento sem cura, tensoativo STANFAX 318 é o sulfossuccinato de sódio e STEOL CS-130 é alquil éter sulfato de cadeia longa de sódio. Os dois últimos tensoativos, quando utilizados, são adicionados com água de diluição próximo do ponto de saída do material fundido na etapa de extrusão descrita acima.

Tabela 2 - Características de Dispersão de Polímero

Tabela 2		Características de Dispersão de Polímero			
Designação de dispersão	Dispersante (% em peso baseado em sólidos totais)	Polímero e Conteúdo (% em peso de sólidos)	Tamanho de partícula (microns)	Faixa de temperatura de fusão de Polímero (°C)	
2.1	6% de UNICID 425 1A	60,2%	1,56	25-60	
2.2	6% de UNICID 425 1E	54,5%	1,69	30-90	
2.3	6% de UNICID 425 1J	53,9%	1,18	65-110	
2.4	6% de UNICID 350 1B	59,0%	0,55	25-70	
2.5	6% de UNICID 350 1C	57,2%	0,72	25-80	
2.6	2% de UNICID 350 1C	54,8%	1,02	Idem	
2.7	6% de UNICID 350 1F	55,0%	0,69	30-100	
2.8	6% de UNICID 350 1G	55,6%	0,71	25-100	
2.9	6% de UNICID 350 1H	50,6%	0,70	50-110	
2.10	6% de UNICID 350 1D	60,9%	0,84	30-90	
2.11	2% de UNICID 350 1D	48,4%	0,95	Idem	
2.12	3% de ácido erúico	10	55,6%	0,85	Idem
2.13	3% de ácido oléico	10	53,0%	2,23	Idem
2.14	2% de UNICID 350 + 2% de STANFAX 318	10	55,2%	1,17	Idem
2.15	2% de UNICID 350 + 4% de STANFAX 318	10	54,1%	1,05	Idem
2.16	2% de UNICID 350 + 2% de ácido oleico	10	58,2%	1,56	Idem
2.17	2% de UNICID 350 + 2% de STEOL CS 130	10	51,8%	1,06	Idem
2.18	4% de UNICID 350	10	50,1%	0,75	25-75

[0076] Nas Dispersões 2.14, 2.15 e 2.17, os produtos STANFAX e STEOL são adicionados para atuar como tensoativo de esponjamento sem cura numa etapa de formação de espuma não curada seguinte.

#### Exemplo 3 - Preparação de Espuma Não Curada e de Espuma

[0077] Preparam-se as amostras 3A, B, C e D de dispersões de modo semelhante às aquelas designadas acima na Tabela 2 como dispersão 2.10 e Dispersão 2.12 a partir de Polímero 1D. A amostra 3A usa 6% de dispersante UNICID 350, enquanto que as amostras 3B, C e D usam 3% de ácido erúxico como dispersante na preparação da dispersão base. Forma-se espuma não curada de cada uma das dispersões das amostras 3A-D com 1% de tensoativo STEOL CS-130, juntamente com 0,2% de peso ativo de hidroxipropil-metil-celulose METHOCEL E4M da maneira descrita anteriormente. As espumas não curadas dos copolímeros de etileno/1-octeno são secas a aproximadamente 75°C (~167°F) e aquela do copolímero de etileno/1-butenos a aproximadamente 60°C (~140°F), num forno de ar forçado. A amostra 3D é seca de um modo ligeiramente diferente, sendo primeiro rapidamente colocada e passada através de um "forno" de aquecimento de infravermelho antes de ser colocada no forno-padrão de ar forçado para completar o processo de secagem. Isto serve para secar mais rapidamente a superfície de espuma que a outra técnica. Quando examinadas usando SEM, as espumas de células abertas das dispersões 3A-D exibem gradiente de tamanho de célula de células pequenas na superfície externa a células maiores no interior de uma amostra de folha de espuma. O caráter do tamanho de célula de espuma para todas as espumas é relativamente semelhante, tendo cerca de 70% a 80% das células de tamanho menor que 50 microns, cerca de 10-15% de

tamanho de célula entre 50 e 100 microns e cerca de 10% tendo tamanho de célula maior que 100 microns. A densidade de espuma das quatro amostras de espuma varia de 73 g/L para a amostra 3A, 97 g/L para a amostra 3B, 44 g/L para a amostra 3C e 56 g/L para a amostra 3D.

[0078] Exemplo 4 - Teste e preparações adicionais de espuma

[0079] Do modo usado no Exemplo 3, preparam-se várias dispersões diferentes que são transformadas em espumas não curadas e secas produzindo espumas permanentes. As formulações da dispersão e das misturas para espumas não curadas são mostradas abaixo na Tabela 3.

#### Teste de altura de torcedura

[0080] O teste de torcedura vertical de espumas preparado tal como descrito acima é executado por 5 minutos do modo descrito anteriormente com solução salina a 0,9%. Os resultados sugerem que dispersantes altamente hidrofóbicos tais como os dispersantes UNICID formam espumas resultantes relativamente hidrofóbicas e por essa razão não torcem bem fluido aquoso, mas são úteis para absorver fluidos hidrofóbicos (limpeza d óleo derramado, etc.). Tipicamente, a torcedura aquosa melhora quando se usa quantidade menor de dispersante hidrofóbico.

Tabela 3 - Características de Espuma de Polímero  
(porcentagens de componente ativo, baseadas no peso de

Designação de dispersão	Polímero	Dispersante e quantidade	Tensioativo de espuma não curada	Quantidade de METHOCEL E4M	Altura de torcedura (cm)
3.1	1A	UNICID 425 6%	STANFAX 318 1,7%	0,4%	0
3.2	1B	UNICID 350 6%	STEOL CS-130 2%	0,1%	1,4
3.3	1C	UNICID 350 2%	Lauril sulfato de sódio 1,5%	0,3%	1,0
3.4	1E	UNICID 425 6%	STEOL CS-130 1%	0,2%	0
3.5	1J	UNICID 350 6%	STANFAX 318 3,3%	Nenhuma	0,5
3.6	1D	UNICID 350 6%	STEOL CS-130 1%	0,2%	0
3.7	1D	Ácido erúico 3%	STEOL CS-130 1%	0,2%	3,0
3.8	1D	Ácido erúico 3%	STANFAX 318 1%	0,3%	1,5
3.9	1D	Ácido oleico 6% (serve para duplo propósito)	Nenhum	0,2%	2,1
3.10	1D	Ácido oleico 3%	Idem	0,2%	---
3.11	1K	UNICID 350 4%	Ácido oleico 0,4%	0,4%	0,2

Exemplo 5 - Aditivo de carga

[0081] Prepara-se uma amostra de espuma da maneira descrita para a Espuma 3.7 no Exemplo 4 acima, exceto que se adiciona cerca de 14% de uma fibra de algodão (de comprimento médio de fibra de cerca de 0,15-0,25 polegada) na etapa de mistura antes da dispersão ser transformada em espuma não curada e seca para preparar a Espuma da invenção. A Espuma resultante é muito uniforme, tem excelente flexibilidade e maciez e exibe boa absorção e capacidades melhoradas de re-umedecimento e um caráter elástico menor e limite de



resistência à tração maior, que a mesma Espuma sem o aditivo de fibra de algodão.

#### Exemplo 6 - Estrutura laminada de Espuma

[0082] Prepara-se uma amostra de espuma não curada da maneira descrita para a Espuma 3.7 no Exemplo 4 acima, exceto que a espuma não curada preparada é aplicada sobre uma folha de cerca de 2 mm de espessura e 75 mm de largura de uma espuma extrudada de poliolefina de células abertas (aberta cerca de 80 por cento em volume). Depois a espuma não curada é seca naquela folha num forno de ar forçado a 75°C por 30 minutos. A espuma extrudada de poliolefina é preparada por extrusão de termoplástico fundido através de uma matriz de orifícios múltiplos, usando o aparelho e as técnicas descritas nas patentes U.S. n°s 3.573.152 e 4.824.720 (cada uma delas incorporada aqui por referência). A mistura de resinas poliolefínicas no termoplástico fundido tem um módulo de flexão médio (cerca de 110 kpsi por ASTM D 790), e ao material fundido adicionam-se quantidades apropriadas de agente nucleante, agente de expansão e outros aditivos opcionais se desejado. Baseado no peso do material fundido, quando se emprega 0,5% de talco como um agente nucleante, e cerca de 3,5% de isobutano e 4% de dióxido de carbono como agentes de expansão, para preparar a folha de espuma poliolefínica extrudada.

[0083] A superfície do perfil extrudado recuperado é raspada para remover uma película fina ou células fechadas da superfície e expor uma superfície de células abertas de tamanho médio de célula de cerca de 580 microns (determinado de acordo com ASTM D2856-A). Depois uma camada fina de espuma é fatiada daquela superfície raspada para produzir uma folha

de espuma de espessura pré-determinada desejada de cerca de 2 mm. A etapa de secagem mencionada acima produzirá boa ligação da espuma derivada de espuma não curada com a superfície raspada de espuma extrudada na temperatura de secagem a ser empregada.

Exemplo 7 - Reorientação de estrutura celular de espuma pós-secagem

[0084] Da maneira descrita anteriormente no Exemplo 3, prepara uma amostra de espuma a partir de uma dispersão transformada em espuma não curada de resina AFFINITY EG 8200, um copolímero de etileno/1-octeno com 62%/38% de faixa de fusão de aproximadamente 30-80°C, uma densidade de 0,870 g/cm<sup>3</sup> e um índice de fusão de 5 g/cm<sup>3</sup> (ASTM D 1238 @ 190°C/2,16 kg) obtenível de The Dow Chemical Company. Prepara-se uma dispersão da mesma tendo cerca de 55% em peso de sólidos poliméricos (secos) e tamanho médio de partícula de cerca de 1 micron, usando 2% de dispersante UNICID 350 e 2% de tensoativo para formação de espuma não curada HYSTRENE 4516 (mistura de ácidos graxos de pureza elevada, compreendendo, tipicamente, os ácidos margárico, mirístico e pentadecanóico, obtenível de Humko Chemical Div. de Witco Corp., Memphis, Tennessee, e subsequentemente neutralizada com hidróxido de potássio para formar os sais ácidos). A dispersão é transformada em espuma não curada, colocada numa esteira transportadora e depois seca para dar uma densidade de cerca de 0,025 g/cm<sup>3</sup>. A secagem é realizada continuamente transportando a espuma não curada através de um forno de ar forçado Blue M numa temperatura de cerca de 75°C. O tempo total no meio de secagem é de cerca de 7 a 9 minutos, em média. Alimenta-se a camada de folha de espuma resultante, em

velocidades entre cerca de 150 e 750 cm/min (5 e 25 pés/min) através da cunha de dois cilindros. Um cilindro (revestido com borracha) não está aquecido e contata uma Superfície Maior da espuma numa temperatura de 22°C, enquanto que o segundo cilindro (de aço) é aquecido para contatar a Superfície Maior oposta em temperaturas variando entre cerca de 22 e 55°C (~72 a 131°F). A pressão aplicada na camada de folha de espuma pelos cilindros, de modo substancialmente uniforme através de cada Superfície Maior, varia entre pressão manométrica de cerca de 70 kPa e 550 kPa (cerca de 10 psig e cerca de 80 psig). A espessura de folha original varia de cerca de 3,42 a cerca de 3,78 mm. Após a folha ser aquecida, comprimida e resfriada, medem-se amostras para sua redução em espessura entre as duas Superfícies Maiores. Depois tiras em duplicata são cortadas de cada amostra e submetidas ao teste de VWH discutido anteriormente. As condições de aquecimento e pressão e as propriedades das amostras de espuma processadas são anotadas na Tabela 4, encontrada abaixo. Um sinal "+" indica que VWH ultrapassa o comprimento das tiras de amostra. A Espuma de espuma não curada feita tal como descrito, usando sais de ácidos graxos de cadeia longa (por exemplo, HYSTRENE 4516) tem "sensação ao toque" como se fosse um tecido, isto é uma superfície macia como a de um tecido é comunicada à Espuma acabada, ao contrário das Espumas feitas a partir de espumas não curadas não contendo tais ácidos graxos.

Tabela 4 - Condições de tratamento de Espuma e Características resultantes de VNH

Amostra	Veloci- dade de rotor (ft/min) /	Pressão de cisalhamento (psi/g) (kg/g) (m/min)	Tempera- tura de cura de espuma (°C)	Espes- sura original (mm)	Espes- sura 5 min (mm)	% de espes- sura original	Espessura		Amostras de compressão % de VNH
							Compres- são + 24 horas	Compres- são + 48 horas	
1,2	5/1,5	10/69	22	3,64	3,22	88	3,32	3,30	91
3,4	5/1,5	30/207	22	3,78	3,41	90	3,55	3,57	95
5,6	5/1,5	80/552	22	3,61	3,36	93	3,48	3,48	97
7,8	5/1,5	80/552	38	3,49	2,99	85	3,29	3,19	91
10,0	5/1,5	80/552	54	3,66	2,82	77	2,82	2,82	91
11,2	5/1,5	80/552	50	3,57	2,64	57	2,66	2,05	57
13,4	5/1,5	80/552	55	3,61	0,86	24	0,88	0,88	24
15,16	10/3,1	80/552	55	3,51	1,90	54	1,92	1,90	54
17,8	18/5,5	80/552	55	3,72	2,42	65	2,49	2,55	68
19,20	Controles amostras compressão		--	3,64	--	--	--	--	--
		do							1,15

\*Dados de média de duas amostras.

REIVINDICAÇÕES

1. Espuma aquosa estável, caracterizada pelo fato de compreender (a) um ou mais copolímeros ou interpolímeros de etileno e/ou 1-propeno, com outros monômeros selecionados de olefinas de C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub> e tendo um conteúdo de etileno ou 1-propeno de 2-98 por cento em peso; (b) água; (c) um tensoativo para formação de espuma; e (d) um gás; onde os componentes compreendem: (a) 35 a 75 por cento; (b) 35 a 75 por cento; e (c) 1 a 6 por cento do peso combinado de (a), (b) e (c), e (d) está presente numa quantidade tal que (d) compreende pelo menos 80 por cento do volume total de todos os componentes presentes na espuma, sendo que a espuma inclui opcionalmente: (e) um estabilizador de espuma selecionado de éteres de alquil celulose, éteres de hidroxialquil celulose, éteres de hidroxialquil alquil celulose, goma guar, goma xantana, e resinas de poli(óxido de etileno) de peso molecular de pelo menos 20.000, o dito componente (e) presente numa quantidade de 0,05 a 2 por cento baseado no peso seco do componente polímero (a).
2. Espuma, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o componente (a) ser um copolímero de etileno com um comonômero de alfa-olefina de 3 a 10 átomos de carbono.
3. Espuma, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de o comonômero de alfa-olefina ser selecionado de 1-propeno, 1-buteno, 1-hexeno e 1-octeno e o componente (a) ter um índice de fusão entre 0,5 e 30 g/10 min determinado por ASTM D 1238 (condição 190°C/2,16kg).
4. Espuma, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o gás ser ar.

5. Laminado, caracterizado pelo fato de compreender pelo menos uma camada da espuma, conforme definida por qualquer uma das reivindicações 1-4, e pelo menos uma camada-substrato na qual a dita camada de espuma é assentada, adicionada ou espalhada.

6. Laminado, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de a pelo menos uma camada-substrato ser preparada a partir de uma camada de uma segunda espuma, uma espuma pré-moldada de células abertas, uma folha ou película termoplástica, um tecido trançado ou não trançado, ou um material expandido fundido ou ligado repuxado fundido.

7. Método para fabricar uma espuma permanente de células abertas, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: (1) gerar a espuma conforme definida por qualquer uma das reivindicações 1-4; (2) em seguida submeter a dita espuma a pelo menos uma fonte energética de secagem para prover uma espuma permanente de células abertas, de um modo tal que o volume da dita espuma resultante consista de menos de 70 por cento do volume da dita espuma; e (3) em seguida recuperar a espuma permanente de células abertas.

8. Método, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de a fonte energética de secagem da etapa (2) ser selecionada de um gerador de ar aquecido, um gerador de raios infravermelhos, um dispositivo de aquecimento dielétrico, e qualquer combinação ou multiplicidade dos mesmos.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de ainda a espuma ser gerada continuamente e depois a dita espuma ser submetida continuamente a pelo menos uma fonte energética de secagem.

10. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado

pelo fato de a dita espuma na etapa (2) ser ainda submetida a uma combinação de pelo menos duas fontes energéticas de secagem, ou simultaneamente ou em sequência.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de as fontes energéticas de secagem da etapa (2) serem selecionadas de pelo menos um gerador de ar aquecido, pelo menos um gerador de raios infravermelhos e pelo menos um dispositivo de aquecimento dielétrico.

12. Método, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de antes ou após a recuperação da espuma de células abertas ser ainda, em pelo menos uma superfície maior, submetida a aquecimento que amoleça substancialmente toda a tal superfície maior a uma distância de pelo menos 2 por cento da espessura inicial de espuma abaixo da superfície, e enquanto assim amolecida uma porção maior daquela superfície maior ser comprimida com uma pressão suficiente para converter uma pluralidade de células, na ou próximo daquela superfície maior, numa forma tridimensional elipsoidal, o eixo maior da qual se alinha paralelamente à dita superfície maior.

1/1

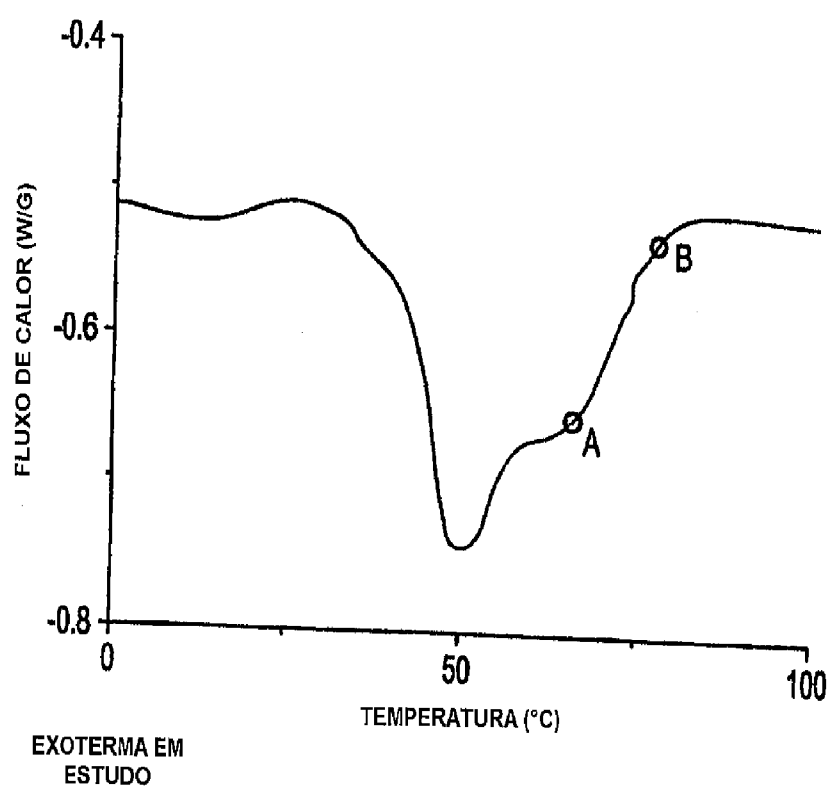


FIG.1



RESUMO

"ESPUMA AQUOSA ESTÁVEL, LAMINADO E MÉTODO PARA FABRICAR UMA ESPUMA PERMANENTE DE CÉLULAS ABERTAS".

Divulgam-se dispersões aquosas de polímeros olefínicos, espuma não curadas, composições de espuma permanente de células abertas, estruturas e artigos derivados da mesma; métodos para preparação de tais espumas não curadas e espumas; e uso das espumas permanentes secas em várias aplicações. Descreve-se ainda o uso das espumas e estruturas e artigos fabricados das mesmas em aplicação de absorção, filtração, isolamento, acolchoamento e forração, e em particular para aplicações de remoção de odor, médicas e higiênicas devido a, entre outras propriedades, boa capacidade de absorção, maciez e/ou flexibilidade das espumas e de sua natureza reciclável.