

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

(21) **PI0613989-2 A2**

(22) Data de Depósito: 24/07/2006
(43) Data da Publicação: 01/03/2011
(RPI 2095)



(51) *Int.Cl.:*
C08J 9/224
C08J 9/232
C09K 21/14

(54) Título: **MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE UM COMPÓSITO RETARDANTE DE FOGO E COMPÓSITO ASSIM OBTIDO**

(30) Prioridade Unionista: 26/07/2005 EP 05254632.2,
26/07/2005 NL PCT/NL2005/000546

(73) Titular(es): ERTECEE B.V

(72) Inventor(es): ABRAHAM ARAYA, CHRISTIANUS MARCUS
GIJSBERTUS MARIA BUIJK, ERIC PETRUS WILHELMUS
ELISABETH SMEETS, HENRICUS JOHANNA DE SWART, JAN
NOORDEGRAAF, PETRUS FREDERIKUS MARIA RENSEN,
WILHELMUS PETRUS THEODORUS KEMPERMAN

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemsen, Bigler &
Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006007264 de 24/07/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/012441 de 01/02/2007

(57) Resumo: Patente de Invenção: MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE UM COMPÓSITO RETARDANTE DE FOGO E COMPOSITO ASSIM OBTIDO. A presente invenção refere-se a um método de fabricação de um compósito retardante de fogo, um compósito de um polímero espumado tendo um revestimento com propriedades retardantes de fogo, e também ao uso de tais compósitos. O método de acordo com a presente invenção compreende as seguintes etapas: i) provisão de contas de polímero espumado, ii) aplicação de um revestimento sobre as contas da etapa i) e iii) modelagem das contas assim revestidas para dar o dito compósito.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE UM COMPÓSITO RETARDANTE DE FOGO E COMPÓSITO ASSIM OBTIDO**".

5 A presente invenção refere-se a um método de fabricação de um compósito retardante de fogo, um compósito de um polímero espumado tendo um revestimento com propriedades retardantes de fogo, e também o uso de tais compósitos.

A Patente U.S. N°. 5 462 699 refere-se a uma composição retardante de fogo para a aplicação a, *inter alia*, materiais de construção, à composição contendo silicato, água e tensoativo.

Outras rotas para a fabricação de um revestimento retardante de fogo a ser aplicado sobre um polímero espumado são, por exemplo,

silicato de sódio + ésteres (por exemplo, diacetina ou triacetina),

silicato de sódio + tripolifosfato de alumínio,

15 silicato de sódio + fosfato de cálcio,

silicato de sódio + sulfato de alumínio.

O problema com o uso de silicato com base em composição retardante de fogo para materiais de isolamento de construção tais como poli-estireno expandido (por exemplo, isolamento de telhado) é que, até que fosse preciso, tais materiais freqüentemente são deixados expostos às condições de tempo adversas depois do fornecimento ao sítio de construção. A menos que precauções sejam tomadas para protegê-los contra a umidade, tal exposição pode resultar em perda significativa das propriedades de retardância de fogo e mecânicas da composição à base de silicato.

25 Silicatos solúveis são amplamente usados como adesivos, revestimentos e ligações. Embora sua solubilidade inerente seja um recurso em muitas das aplicações para as quais elas são usadas, é desvantajosa para as aplicações onde, por exemplo, resistência à água, integridade e resistência de estrutura são consideradas essenciais.

30 Esforços consideráveis foram feitos para minimizar a solubilidade de silicatos em composições da espécie mencionada acima, por exemplo, por adição de sais de metal (tais como cálcio e magnésio). No entanto, adi-

ção de tais sais tende a resultar em uma forma precipitada ao invés de um produto com uma estrutura de tipo rede. O sal solúvel formado na reação de precipitação é nocivo à integridade física da película aplicada e, portanto, finalmente, resistência do produto resultante.

- 5 Fatores tais como aqueles são um impedimento ao uso de silicatos, por exemplo, na produção da composição de revestimento retardante de fogo. Composições de revestimento retardante de fogo encontram ampla aplicação nas indústrias de construção e de manutenção de construção, por exemplo, para a aplicação a materiais de construção inflamáveis antes, ou
- 10 depois de sua incorporação em uma estrutura de construção. Exemplos de materiais inflamáveis são laminação e ladrilhamento com polímero, por exemplo, de poliestireno expandido ou plásticos de uretano e compósitos contendo plásticos. Materiais à base de madeira, lascas de madeira e papel podem também se beneficiar a partir da aplicação de tais revestimentos. Inclu-
- 15 ídos dentro da classe de composições de revestimento retardante de fogo, são assim chamados revestimentos intumescentes que exercem sua ação de proteção parcialmente por dilatamento quando expostos a calor ou fogo.

Em alguns casos, materiais inflamáveis são vendidos com o revestimento retardante de fogo pré-aplicado. Por exemplo, um revestimento

20 retardante de fogo intumescente conhecido como SafeCoat E84® é pré-aplicado a artigos de espumas de poliuretano/poliestireno expandidas antes da venda.

Verificou-se agora que compósitos aperfeiçoados tendo um revestimento aquoso podem ser produzidos a partir de silicatos de tal modo

25 que o problema de solubilidade discutido acima é significativamente neutralizado, assim produzindo composições de acordo com a presente invenção adequadas para o uso como composições retardantes de fogo.

Uma outra vantagem das composições da presente invenção é que elas podem ser usadas para preparar sistemas retardantes de fogo que

30 são, quando necessários, substancialmente livres de compostos contendo halogênio. Compostos contendo halogênio podem se tornar indesejáveis por causa de seu estado ambiental potencial.

Assim um primeiro aspecto da presente invenção provê um método de fabricação de um compósito retardante de fogo, o método compreendendo as seguintes etapas:

- i) provisão de contas de um polímero espumado,
- 5 ii) aplicação de um revestimento sobre as contas da etapa i) e
- iii) modelação das contas assim revestidas para dar o dito compósito.

De acordo com uma concretização preferida do presente método, a etapa iii) é realizada em uma prensa. Tipicamente a etapa iii) é realizada como um método de moldagem. Em uma outra concretização a etapa ii) é realizada em um leito de fluido, em que o revestimento é borrifado sobre as

10 contas e um fluxo de ar é soprado através do leito de contas. É ulteriormente preferido realizar a etapa ii) em um leito agitado, em que o revestimento é borrifado sobre as contas, ou para realizar a etapa ii) em um misturador, por exemplo, um misturador de fita, em que o revestimento é borrifado sobre as

15 contas. É, além do mais, possível substituir a etapa iii) pelas etapas iv), v) e vi), em que a etapa iv) transferência das contas revestidas para uma prensa, v) aplicação da corrente às contas revestidas presentes na dita prensa, e vi) liberação do compósito da prensa.

20 O polímero espumado é selecionado de PUR, PET, EPP, EPE, arilenos de polivinila expandidos ou uma combinação dos mesmos. Sua densidade está de preferência dentro da faixa de 5 - 500 kg/m³, em que a densidade de polímero expressado juntamente com as camadas de revestimento, dentro da faixa de 10 - 1000 kg/m³ em uma base de revestimento seca.

25 Um outro aspecto a presente invenção provê um método de fabricação de um compósito retardante de fogo em que um revestimento é usado, isto é, uma composição de formação de gel aquoso compreendendo um aluminossilicato e, se apropriado, um líquido orgânico que aumenta a integridade de películas formadas pela aplicação da composição como um re-

30 vestimento a uma superfície de um polímero espumado seguido por secagem.

Em um outro aspecto da presente invenção, a composição de formação de gel aquoso que é usada no presente método compreende:

(a) de 5% a 40%, de preferência de 5% a 30%, e um aluminossilicato;

(b) de 0,1% a 10% de um líquido orgânico, em que o líquido orgânico tem um ponto de ebulição maior do que 110°C.

5 Pontos de ebulição neste relatório devem ser medidos na pressão atmosférica padrão.

Por aquoso quer se dizer que o equilíbrio da composição compreende água e opcionalmente um ou mais outros ingredientes. Tipicamente, as composições da invenção compreendem pelo menos 20% em peso de
10 água, de preferência pelo menos 30%, mais de preferência pelo menos 40%.

Como usado aqui, o termo "gel" refere-se a uma substância que contém um esqueleto sólido contínuo (no presente caso com base no aluminossilicato) que encerra uma fase líquida aquosa (no presente caso, predominantemente água) - ver, por exemplo, Sol-Gel Science, The Physics and
15 Chemistry of Sol-Gel Processing (C. J. Brinker and G. W. Scheer) publicada pela Academic Press Inc.

Esses materiais podem também ser chamados de co-géis ou coagéis. Inicialmente, o sólido pode estar na forma de partículas sólidas descontínuas, dispersas (uma solução coloidal), mas essas partículas individuais coalescem para formar uma rede sólida contínua. As composições da
20 invenção estão inicialmente na forma de uma solução coloidal que converte durante um tempo em um gel.

Na ausência do dito líquido orgânico, verificou-se que quanto mais extensa a secagem, mais propenso um revestimento de película produzido usando-se a composição de aluminossilicato é para resultar em um
25 revestimento fraco e em pó em um tempo relativamente curto. Quando o líquido orgânico está presente, no entanto, a integridade do revestimento em termos de sua resistência e natureza não em pó é consideravelmente aperfeiçoada.

30 O líquido orgânico é de preferência um que está substancialmente imiscível em água. Usualmente, o grau de imiscibilidade é tal que, a 25°C, o líquido orgânico dissolve na extensão de menos do que cerca de

10% em peso (de preferência menos do que cerca de 5% em peso) em água ou a água dissolve na extensão de menos do que cerca de 10% em peso (de preferência menos do que 5% em peso) no líquido orgânico.

O aluminossilicato como usado na presente invenção é tipicamente formado pela rota de gel de solução coloidal e isso pode ser efetuado *in situ* por formação do aluminossilicato no ponto de uso, por misturação de líquidos precursores. A presente invenção é limitada a métodos de fabricação de compósitos retardantes de fogo, compreendendo contas de polímero espumado tendo um revestimento, os compósitos compreendendo contas de polímero espumado e seu uso como um material de construção e um isolante. A presente invenção não estende a composições compreendendo aluminossilicato, métodos de produção de tais composições e seus sistemas precursores e sistemas de aplicação para aqueles sistemas precursores. No entanto, um sistema precursor para a formação de uma composição de revestimento, para a aplicação sobre polímeros espumados em um método de acordo com o primeiro aspecto da invenção, pode compreender:

- (i) água e um aluminato de metal;
- (ii) água e um silicato de metal; e, se apropriado,
- (iii) o dito líquido orgânico.

Um gel de solução coloidal é basicamente um produto de reação que é inicialmente formado como um líquido mas que subsequente forma um gel e finalmente se solidifica.

Pelo menos parte do líquido orgânico pode ser incorporado no componente(i) e/ou componente (ii). Alternativamente, pode inicialmente ser totalmente separado de ambos os componentes (i) e (ii).

Um sistema de aplicação para a formação de composição de revestimento de um sistema precursor como descrito acima e aplicação da composição de revestimento assim formada a um substrato de polímero espumado podem compreender meio para a mistura de componentes (i), (ii) e (iii) e aplicação significa meio para efetuar o revestimento do substrato com a mistura resultante.

Um outro aspecto da presente invenção provê um compósito de

polímero espumado tendo um revestimento com propriedades retardantes de fogo em que o revestimento é produzido usando-se uma composição de formação de gel aquosa, compreendendo uma composição de aluminossilicato, e um ou mais outros ingredientes opcionais.

- 5 A composição de formação de gel aquoso de preferência compreende um líquido orgânico de aumento de integridade de película. Tipicamente, a composição de aluminossilicato é de 45% a 90% em peso, com base no revestimento seco, em que a composição de aluminossilicato é de preferência de 50% a 85% em peso, com base no revestimento seco. O teor
10 de umidade do revestimento seco não é maior do que 40%, de preferência não maior do que 30%, e mais de preferência não maior do que 20% em peso, especialmente 16% em peso. O revestimento ulteriormente compreende pelo menos um metal ou óxido de metal em uma quantidade de até 16%, de preferência até 8% em peso do revestimento seco, em que o líquido
15 orgânico compreende até 16% em peso do revestimento seco. Tipicamente, o aluminossilicato tem uma razão molar de Si:Al de desde 3 a 30, tipicamente até 15, de preferência até 10.

A composição de revestimento para a aplicação sobre o polímero espumado pode compreender misturas dos seguintes componentes:

- 20 (i) água e um aluminato de metal;
 (ii) água e um silicato de metal; e, se apropriado,
 (iii) o dito líquido orgânico.

- Um outro aspecto da presente invenção provê o uso de um compósito de acordo com a presente invenção como um material de construção,
25 especialmente em construções, bem como um isolante, especialmente em construções. O elemento de construção é escolhido a partir do painel de grupo, porta, laminação, forro e ladrilho. Uma outra aplicação do presente compósito é como um material de construção para a embalagem.

- Revestimentos formados a partir de composições tal como descrito
30 crito acima exibem integridade física superior e estabilidade de longo prazo, em comparação com sistemas de silicato convencionais, em virtude de aluminossilicato estando presente na forma de uma rede de moléculas ligadas

que se estende através de toda a solução e em virtude da presença do dito líquido orgânico.

Tipicamente, a composição antes da aplicação a um polímero espumado compreende pelo menos 5% em peso do aluminossilicato, e de 0 a 10% em peso do dito líquido orgânico.

Uma classe preferida de composições a serem usadas como um revestimento sobre polímeros espumados em um método de acordo com a presente invenção consiste daqueles que compreendem:

(a) de 5% a 40%, de preferência de 5% a 30%, e mais de preferência de 10% a 25% em peso do aluminossilicato;

(b) de 0% a 10%, de preferência de 0,001% a 10%, mais de preferência de 0,1% a 10% e com mais preferência de 0,3% a 5% em peso do líquido orgânico; e

(c) o restante sendo a água e um ou mais outros ingredientes opcionais.

Um ou mais outros ingredientes opcionais podem benéficamente ser incorporados nas composições de acordo com qualquer aspecto da presente invenção, por exemplo, em quantidades de 0,001% a 5%, tais como 0,01% a 2% em peso da composição por qualquer ou cada classe, e pode, por exemplo, ser selecionada de qualquer uma das classes:

(i) um ou mais tensoativos, de preferência selecionados de tensoativos aniônicos, não-iônicos, catiônicos, anfotéricos e zwitteriônicos e suas misturas, por exemplo, aqueles que são compatíveis com soluções de silicato e/ou aluminato, tais como capribanfo-propionatos alcalinos;

(ii) um ou mais fosfonatos e/ou ácidos fosfônicos, tais como tri-fenilfosfatos e ácido nitrilotric (metileno) trifosfórico;

(iii) um ou mais sais inorgânicos de liberação de próton lenta tais como fosfatos de alumínio de diidrogênio;

(iv) um ou mais seqüestrantes tal como EDTA ou do tipo fosfonato, por exemplo, aqueles vendidos sob o nome Dequest; e

(v) um ou mais isocianatos tal como diisocianato de metileno.

A quantidade de água em tais composições é de preferência de

60% a 95%, mais de preferência de 70% a 90% em peso da composição total.

O aluminossilicato é tipicamente amorfo, que pode ser avaliado pela ausência de picos agudos no espectro de difração de raios X do material. A razão molar de Si:Al na composição é tipicamente de 3 a 30, de preferência de 4 a 15 e mais de preferência de 5 a 10. Neste contexto, a referência de razão molar de Si:Al é com base na quantidade de silício (em mols) no silicato e alumínio (em mols) no aluminato usado para a preparação das composições. O aluminossilicato é usualmente formado pela rota de gel de solução coloidal, de preferência *in situ* a partir de mistura de componentes precursores no ponto de uso.

As composições de preferência também compreendem um metal ou óxido de metal para auxiliar a preservação das propriedades de formação de película da composição, especialmente integridade de película, na armazenagem. O metal ou óxido usualmente estará em forma de partículas e será escassamente solúvel em água. Adequado o diâmetro de partícula média por volume do metal ou óxido de metal será de 50 μm ou menos.

De preferência, menos do que 1% em volume das partículas de metal ou óxido de metal excederão 200 μm . Óxidos anfotérico ou ácidos são tipicamente empregados para esta finalidade.

O óxido de metal pode, por exemplo, ser selecionado de óxido de zinco, óxido de silício, óxido de alumínio, óxido de boro, óxido de estanho, óxido de gálio, óxido de germânio e misturas de duas ou mais desses óxidos. Ao invés da introdução do metal na forma de um óxido, o óxido pode alternativamente ser formado *in situ* como um resultado de adição do metal à composição. Sem querer estar ligado pela teoria, acredita-se que o zinco ou outro óxido reage com qualquer silicato residual para reduzir solubilidade de películas formadas por revestimento ou de outra maneira aplicando a composição a polímero espumado.

De preferência, também a quantidade do óxido de metal ou metal é até 10%, de preferência de 0,3% a 5% em peso (por exemplo, de 0,3% a 3% em peso) da composição total.

As composições de preferência compreendem de 0% a 10%, de

preferência de 0,3% a 5% (por exemplo, 0,3% a 4%) em peso do líquido orgânico.

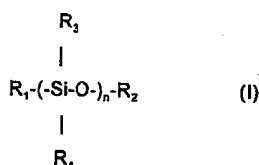
De preferência, tem um ponto de ebulição (a pressão atmosférica) de pelo menos 110°C, tipicamente pelo menos 130°C e tipicamente até 500°C.

5 O líquido orgânico é desejavelmente um que é estável sob condições alcalinas e também estável com relação a oxidação, calor e luz.

O líquido orgânico é tipicamente um tendo uma viscosidade de menos do que 5000 mPa.s, de preferência menos do que 2000 mPa.s (por exemplo, menos do que 1000 mPa.s), a uma temperatura de 25°C, medida a
10 uma taxa de cisalhamento de 23 sec⁻¹.

O líquido orgânico pode compreender um ou mais substancialmente solventes orgânicos imiscíveis em água selecionados de álcoois poliidróxi, óleos minerais, óleos de parafina líquida, éteres de glicol, óleos de silicone e misturas dos mesmos. Desses, óleos de silicone são especialmente
15 te preferidos.

Óleos de silicone adequados para o uso nas composições e sistemas precursores para os mesmos, são organossiloxanos, tipicamente tendo a fórmula geral (I):



20 em que n é o número de unidades de repetição no polímero e pode variar de 2, por exemplo, de 10, até 1.000.000, mais de preferência de 30, por exemplo, de 50, até 500.000 e R₁ pode ser selecionado de hidrogênio ou grupos metila e R₂ pode ser selecionado de hidrogênio ou SiR₅ em que R₅ pode ser ou hidrogênio, hidroxila ou metila e em que R₃ e R₄ podem ser independentemente selecionados de C₁ a C₁₂ cadeia linear ou ramificada porções de
25 fenila ou alquenila ou, alquila saturada ou insaturada de unidades de acordo com a fórmula (I) acima ou de porções de fenila substituída ou alquila substituída em que substituintes podem ser halogênios, grupos amino, grupos sulfato, grupos sulfonato, grupos carbóxi, grupos hidróxi ou grupos nitro.

30 As composições (que podem opcionalmente ser preparadas a

partir de um sistema precursor no ponto de uso) podem, por exemplo, ser aplicadas ao polímero espumado por meio de uma pistola de spray (opcionalmente pressurizado a gás ou ar), um sistema de rolos ou um sistema de brochamento. Alternativamente, o polímero espumado a ser tratado pode ser
5 revestido ou impregnado por imersão na composição de revestimento enquanto contendo um recipiente adequado, por exemplo, em um leito de fluido, um leito agitado ou um misturador de tipo misturador de fita.

As composições que devem ser usadas como retardantes de fogo são especialmente adequadas àquelas que compreendem um polímero
10 espumado ou expandido. Mais de preferência, que o polímero é um que é substancialmente insolúvel no líquido orgânico, se presente, a temperatura ambiente, isto é, o componente líquido é selecionado com aquele requisito em mente.

De preferência, o teor de umidade da película de composição
15 seca ou curada resultante, isto é, o revestimento, não é maior do que 40%, mais de preferência não maior do que 35% e ainda mais de preferência não maior do que 20% em peso, com mais preferência 17% em peso ou menos.

As propriedades da película que resulta das composições da invenção podem ser aperfeiçoadas por conservação da composição a uma
20 temperatura de 50°C ou mais enquanto a composição tem um teor de umidade de mais do que 20% em peso, por pelo menos 30 minutos.

Além disso, as propriedades da película, tal como hidrofobicidade ou lubricidade, podem ser aumentadas por aplicação sobre a película de uma cera de baixo ponto de fusão, tal como, por exemplo, cera de polietileno
25 micronizada (um polímero de polietileno de baixo peso molecular que é oxidado ou não oxidado e por causa de seu baixo peso molecular tem características físicas de tipo cera) ou um estearato, tal como estearato glicol (por exemplo, triestearato glicol) ou um estearato de metal (por exemplo, estearato de Zn, Ca, Na, Mg) ou uma combinação de uma ou mais ceras e um ou
30 mais estearatos. A cera, estearato ou mistura da mesma de preferência teria um ponto de fusão de 60°C a 150°C, mais de preferência de 80°C a 135°C, e com mais preferência de 90°C a 130°C. Por exemplo, Estearato de Zinco,

com um ponto de fusão de 120-130°C pode ser aplicado sobre a película para servir como um agente de lubrificação para facilitar outro processamento da película revestida quando aplicada a um material polimérico.

Revestimentos preferidos tem uma solubilidade de longo prazo não maior do que 25%, tipicamente não mais do que 20%, de preferência não mais do que 15%, e mais de preferência não maior do que 10%, como determinada pela metodologia de solubilidade/resistência a água definida aqui em seguida, depois da secagem no forno a película a 80°C para um teor de água de cerca de 17% e então encharcamento em água a uma temperatura de cerca de 22°C por 7 dias.

A presente invenção será agora explicada em mais detalhes a título dos seguintes exemplos não limitantes.

Exemplo 1: Preparação de gel de solução coloidal de aluminossilicato com uma razão molar de Si/Al de 8,5 (Comparativo)

50 gramas de solução de silicato de sódio (8,6% de Na₂O, 29% de SiO₂, restante água) foram introduzidos diretamente para dentro de uma proveta de plástico. A solução de silicato foi vigorosamente agitada. À solução de silicato vigorosamente agitada, 40 gramas de solução de aluminato de sódio (2,6% de Na₂O, 3,6% de Al₂O₃) foram adicionados gota a gota durante 3 a 4 minutos. Depois de uns outros 10 - 20 segundos de misturação, a agitação foi parada.

Cerca de 25 gramas da solução coloidal de aluminossilicato clara resultante formada foram exatamente pesados e foram despejados sobre um prato de plástico circular plano pré-pesado (~ 10 cm de diâmetro). A solução coloidal de aluminossilicato foi deixada se ajustar por cerca de 5 minutos para formar uma rede de gel. Todas as etapas expostas acima foram realizadas sob condições de temperatura ambiente (cerca de 22°C). O disco revestido foi colocado em um forno a 80°C por 24 horas e o plástico e o conteúdo seco foram pesados. O aluminossilicato seco formado era uma folha moldada circular forte e contínua com cerca de 1 mm de espessura e seu teor sólido era de 74% em peso (isto é, teor de água de 26% em peso).

Exemplo 2: (Comparativo)

A experiência do Exemplo 1 foi repetida mas nessa hora nenhuma solução de aluminato foi adicionada e ao invés da solução de aluminato 37,5 gramas de água pura foram adicionados. A película resultante (silicato apenas) foi seca para dar um teor de umidade final de 26% em peso.

5 Metodologia de solubilidade/resistência a água

A fim de testar solubilidade/resistência a água, o seguinte procedimento é adotado:

A película seca é primeiramente rompida em pedaços grandes (cerca de 2 cm transversalmente). 2,0 g dos pedaços são postos em uma jarra "sterelin" e 28 g de água foram adicionados. Os pedaços foram totalmente submersos na água e foram deixados repousar por 24 horas a temperatura ambiente (cerca de 22°C). Os teores da solução foram analisados (usando-se métodos gravimétricos e titulação) e a solubilidade dos pedaços depois de 24 horas de encharcamento, é determinada usando-se a seguinte fórmula:

15 $\text{Conteúdo dissolvido na solução} \times 100/2,0$

Quando esse procedimento foi aplicado à película obtida no Exemplo 1 e também à película quando obtida no Exemplo 2, os seguintes resultados de solubilidade foram obtidos.

	<u>% de Solubilidade</u>
20 Exemplo 1	5
Exemplo 2	100

Esses resultados claramente indicam que a formação de películas de aluminossilicato via o processo de gel de solução coloidal não apenas resultam em películas sólidas, inicialmente fortes, mas também significativamente aumenta a propriedade de resistência a água das películas produzidas.

Os resultados acima referem-se a uma película que foi seca para um teor de água de 26% em peso. Em outro lugar neste relatório, a mesma metodologia é empregada exceto que a extensão de secagem e encharcamento podem ser variados como especificados.

30 Exemplo 3: Efeito de líquido orgânico

A película formada no Exemplo 1 era forte e clara. No entanto, quando tal película foi seca no forno além de 24 horas, ela gradualmente

começa a formar manchas brancas e no período de 72 horas, ela tinha se transformado em um material em pó/flocoso branco e fraco.

Para aumentar a integridade da película do aluminossilicato além de 24 horas de secagem, uma pequena quantidade de líquido orgânico foi adicionada à solução de silicato do Exemplo 1. Adição de 0,5 g de óleo de silicone com uma viscosidade de 50 mPa.s, por exemplo, mantinha a integridade da película de aluminossilicato mesmo depois de 168 horas de secagem no forno a 80°C. Numerosos líquidos orgânicos tendo vários pontos de ebulição (BP) foram testados (cada um adicionado a um nível de 0,5 g, que corresponde a 0,55% em peso da composição) e seu impacto sobre a integridade de película de aluminossilicato depois de secagem prolongada (168 horas de secagem no forno a 80°C) são dados abaixo:

Líquido orgânico testado	BP(°C)	integridade de película
Hexametil Silazano	110	branco, em pó
Hexametil Dissiloxano (0.65 mPa.s))	100	branco, em pó
Óleo de silicone (10 mPa. s)	> 150	claro, não em pó
Óleo de silicone (20 mPa.s)	>150	claro, não em pó
Óleo de silicone (50 mPa.s)	>150	claro, não em pó
Óleo de silicone (200 mPa.s)	>150	claro, não em pó
Óleo de silicone (1000 mPa.s)	>150	claro, não em pó
Óleo de parafina líquida	~300	claro, não em pó

Exemplo 4: (Efeito de teor de umidade de película na resistência a água)

A película seca produzida de acordo com o Exemplo 1 tinha um teor de umidade de 26%. Quando essa película foi encharcada por 24 horas, ela permaneceu razoavelmente intacta. No entanto, quando o encharcamento em água foi prolongado a 3 e então a 7 dias, a solubilidade da película aumentou proporcionalmente. Reduzindo o teor de umidade da película, por exemplo, prolongando o tempo de secagem, seria minimizado sua solubilidade em água. No entanto, isso não é uma opção para uma película produzida de acordo com o Exemplo 1 como secagem prolongada para minimizar seu teor de umidade, resultará em película fraca e em pó. No entanto, a película produzida de acordo como Exemplo 3 (isto é, contendo óleo de silicone) não tem tal problema, e assim o óleo de silicone contendo película do Exemplo 3 usando-se o óleo de silicone de 50 mPa.s foi seco para tempos mais longos para gerar películas com teores de umidade diferentes. O efeito

de teor de umidade de película sobre a solubilidade de tal película foi conduzida e os resultados são dados abaixo:

Resultados de solubilidade		Dias encharcados em água		
% de Teor de umidade da película		1	3	7
26		5%	20%	47%
22		4%	15%	30%
17		3%	4%	5%

- 5 A tabela exposta acima claramente indica que uma película de aluminossilicato, contendo um líquido imiscível em água tal como óleo de silicone e tendo um teor de umidade de cerca de 17%, é significativamente mais resistente a água.

Exemplo 5: (Resistência a água de longo prazo)

- 10 A película de aluminossilicato (com teor de umidade de 17%) produzida de acordo com Exemplo 4 e encharcada por 7 dias tem boa resistência a água. No entanto, quando a mesma película é encharcada por mais do que 7 dias, por exemplo 10 e 25 dias, sua resistência a água diminui com tempo de encharcamento diminuído.

- 15 Para aperfeiçoar ulteriormente a resistência a água de longo prazo da película de aluminossilicato, o Exemplo 4 foi repetido, mas 1 grama de óxido de zinco foi adicionado e desse modo suspenso na mistura de silicato e óleo de silicone. A solubilidade das películas produzidas de acordo com Exemplos 4 e 5 (com teor de umidade de 17%) foi avaliada usando-se a metodologia definida aqui mais acima usando-se tempos de encharcamento
- 20 de 7, 10 e 25 dias. Os seguintes resultados foram obtidos:

Amostra	Solubilidade depois do encharcamento por 7, 10 e 25 dias		
	7 dias	10 dias	25 dias
Exemplo 4 (com Óxido de zinco)	3%	10%	30%
Exemplo 5 (sem Óxido de zinco)	1%	1,3%	4%

- 25 Como pode ser visto a partir dos resultados acima, a adição de uma pequena quantidade de óxido de zinco aumenta a resistência a água de longo prazo de películas produzidas usando-se composições de aluminossilicato aquosas obtidas por rota de gel de solução coloidal.

Exemplo 6: (Produção de película de gel de solução coloidal de aluminossilicato (razão de Si/Al de 8,5) usando-se um misturador in-line)

A 1335 gramas de solução de silicato de sódio agitada (17,1% de Na_2O , 23,9% de SiO_2 , restante água), 11 gramas de óleo de silicone (viscosidade 20 mPa.s a 25°C) foram adicionados. A mistura de silicato óleo de silicone e solução de aluminato de sódio (4,6% de Na_2O , 5,6% de Al_2O_3) foram simultaneamente bombeados para um misturador in-line de alto cisalhamento (com aberturas de entrada adaptadas para se ajustar a viscosidade da solução coloidal resultante) na taxa de 253 ml/minuto e 107 ml/minuto respectivamente. Uma solução coloidal de aluminossilicato clara foi formada e uma amostra dessa solução coloidal foi tratada e foi caracterizada do mesmo que no Exemplo 1.

Exemplo 7

O mesmo que o Exemplo 6, mas com 22 gramas de óxido de zinco adicionados à mistura de silicato/silicone.

Os resultados de testes de solubilidade para amostras dos Exemplos 6 e 7 secos para dar o teor de umidade de 17% e encharcados em água por 7, 10 e 14 dias eram como se segue:

Amostra	Solubilidade depois do encharcamento por 7, 10 e 14 dias		
	7 dias	10 dias	24 dias
Exemplo 6 (sem Óxido de zinco)	2,7%	9,5%	13%
Exemplo 7 (com Óxido de zinco)	1%	1,2%	2,2%

Exemplo 8: Revestimentos de contas em um leito fluidizado seguido por moldagem de forma

Contas de EPS regulares principais com um tamanho de 1,0-1,6 mm foram pré-expandidas usando-se um pré-expansor de carga para dar uma densidade de 20 kg/m³, com uma pressão de pré-expansão de 25 kPa. Depois da pré-expansão um tamanho de conta do EPS de 3-4 mm é obtida e isso é usado para o revestimento com a mistura de acordo com Exemplo 7. Essas contas são colocadas em um leito fluidizado, onde o fluxo de ar pode ser ajustado para suspender as contas. O fluxo de ar é baixo para começar com e aumenta proporcionalmente quando o revestimento é aplicado, de

modo a continuar a levar as contas cuja densidade aumenta quanto mais mistura é borrifada sobre as contas.

Contas revestidas com a mistura são armazenadas em um silo intermediário e depois disso transferidas para um molde fechado de 1 x 1 x 0,1 m. Esse molde tem orifícios de núcleo a distâncias regulares através das quais o vapor pode ser aplicado à mistura de contas soltas revestidas com a mistura.

A mistura se torna levemente viscosa por aquecimento com o vapor, com a condição de que o teor de DS (sólido seco) está em entre 75 a 85% e a expansão das contas de EPS garante que os espaços abertos entre as contas individuais sejam enchidos como um resultado da outra expansão.

Na produção de uma seção transversal, uma estrutura de tipo favo de mel é obtida onde a mistura deformou e forma uma rede contínua. As contas de EPS são meramente um veículo para a mistura.

Folhas foram produzidas com densidades de 80 e 150 kg/m³. As folhas foram testadas em água de 20°C durante 2 semanas e mantinham sua integridade estrutural. A perda de peso, medida depois da secagem da folha, era < 5%. Para a surpresa dos inventores quando testadas de acordo com DIN 4102 B2 essas amostras passaram nesse teste, que é normalmente possível com EPS retardante de chama.

Exemplo 9: Revestimentos de 50% de EPS reciclados.

50% de EPS pré-expandidos em um leito fluidizado seguido por moldagem de forma.

Em uma outra concretização da invenção, a mistura de acordo com o Exemplo 7 foi borrifada sobre uma mistura de EPS pré-expandido e resíduo de embalagem moído para um tamanho de REPS e EPS reciclado de 4-5 mm em uma razão de 50/50 EPS/REPS. Essa mistura foi colocada em um leito fluidizado, onde o fluxo de ar pode ser ajustado para suspender as contas. O fluxo de ar é baixo para começar e aumenta proporcionalmente quando o revestimento é aplicado, de modo a continuar a levar as contas cujas densidade aumenta quanto mais mistura é borrifada sobre a mistura de 50/50.

Contas revestidas com a mistura são armazenadas em um silo

intermediário e depois disso são transferidas para um molde fechado de 1 x 1 x 0,1 m. Esse molde tem orifícios de núcleo a distâncias regulares através das quais o vapor pode ser aplicado ao 50/50 ERPS/REPS revestido com a mistura.

- 5 As propriedades do produto assim obtido são iguais aos resultados de Exemplo 8.

Exemplo 10: Revestimentos de EPS Arcel em um leito fluidizado seguido por moldagem de forma

- 10 Em uma outra concretização da invenção a mistura de acordo com Exemplo 7 foi borrifada sobre contas Arcel (marca registrada Nova Chemical, uma mistura polimérica de PS e PE).

Contas Arcel de leito fluidizado revestidas com a mistura são armazenadas em um silo intermediário e depois disso são transferidas para um molde fechado de 1 x 1 x 0,1 m.

- 15 As propriedades do produto assim obtidas são iguais aos resultados de Exemplo 8.

Exemplo 11 : Revestimentos de contas de espuma de EPP em um leito fluidizado seguido por moldagem de forma

- 20 Em uma outra concretização da invenção, a mistura de acordo com o Exemplo 7 foi borrifada sobre contas de EPP. Contas de EPP são espumas poliméricas de polipropileno que são, por exemplo, marca registrada Neopolene pela BASF. Contas de EPP foram usadas em uma densidade de 40 g/m³ e um tamanho de 5-7 mm. Essa mistura foi colocada em um leito fluidizado, onde o fluxo de ar pode ser ajustado para suspender as contas.

- 25 Contas de EPP revestidas com a mistura de acordo com o Exemplo 7 são armazenadas em um silo intermediário e depois disso são transferidas para um molde fechado 1 x 1 x 0,1 m.

As propriedades do produto assim obtidas são iguais aos resultados de Exemplo 8.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de fabricação de um compósito retardante de fogo, o método compreendendo as seguintes etapas:

- 5 i) provisão de contas de polímero espumado,
 ii) aplicação de um revestimento sobre as contas da etapa i) e
 iii) modelagem das contas assim revestidas para dar o dito compósito.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa iii) é realizada em uma prensa.

10 3. Método de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa iii) é realizada como um método de moldagem.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa ii) é realizada em um leito de fluido, em que o revestimento é borrifado sobre as contas e um fluxo de ar é soprado através do leito de contas.

15 5. Método de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa ii) é realizada em um leito agitado, em que o revestimento é borrifado sobre as contas.

20 6. Método de acordo com a reivindicação 1, em que a etapa ii) é realizada em um misturador, por exemplo, um misturador de fita, em que o revestimento é borrifado sobre as contas.

7. Método de acordo com a reivindicação 2, em que a etapa iii) compreende outras etapas iv), v) e vi), em que a etapa iv) transferência das contas revestidas para uma prensa, v) aplicação do vapor às contas revestidas presentes na dita prensa, e vi) liberação do compósito a partir da prensa.

25 8. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, em que o polímero espumado é selecionado de PUR, PET, EPP, EPE, arilenos de polivinila expandidos ou uma combinação dos mesmos.

30 9. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, em que o revestimento é uma composição de formação de gel aquoso, compreendendo:

(a) de 5% a 40%, de preferência de 10 a 25% em peso de um aluminossilicato;

(b) 0 a 10%, de preferência de 0,3% a 5% em peso de um líquido orgânico de aumento de integridade de película; e

o restante sendo a água e um ou mais outros ingredientes opcionais.

5 10. Método de acordo com a reivindicação 9, em que o líquido orgânico tem um ponto de ebulição de pelo menos 110°C, de preferência pelo menos 130°C.

10 11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 9 a 10, em que o líquido orgânico é substancialmente imiscível em água.

12. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 11, em que o líquido orgânico é um que é estável sob condições alcalinas.

15 13. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 12, em que o líquido orgânico é um que tem uma viscosidade de menos do que 5000 mPa.s, de preferência menos do que 2000 mPa.s, a uma temperatura de 25°C.

20 14. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 13, em que o líquido orgânico é um líquido selecionado de álcoois poli-hidroxílicos, óleos minerais, óleos de parafina líquida, éteres glicólicos, óleos de silicone e misturas dos mesmos.

25 15. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 14, ulteriormente compreendendo pelo menos um metal ou óxido de metal para auxiliar a preservação da integridade de película quando a composição é aplicada como um revestimento a uma superfície.

16. Método de acordo com a reivindicação 15, em que o óxido de metal é um óxido afotérico.

17. Método de acordo com a reivindicação 15, em que o óxido de metal é um óxido ácido.

30 18. Método de acordo com a reivindicação 15, em que o óxido de metal é selecionado de óxido de zinco, óxido de silício, óxido de alumínio, óxido de boro, óxido de estanho, óxido de gálio, óxido de germânio e mistu-

ras de dois ou mais desses óxidos.

19. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 15 a 18, em que o metal ou o seu óxido de metal compreende até 10%, de preferência até 5% em peso da composição total.

5 20. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 15 a 19, em que o metal ou o seu óxido de metal está em forma de partículas.

21. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 20, em que o aluminossilicato tem uma razão molar de Si:Al de desde 3 a 30, tipicamente até 15, de preferência até 10.

10 22. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 21, em que o revestimento é uma solução de um aluminato de metal e um silicato de metal e, se apropriado, um líquido orgânico selecionado do grupo que compreende álcoois poliidroxílicos, óleos minerais, óleos de parafina líquida, éteres glicóis, óleos de silicone e misturas dos mesmos.

15 23. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 9 a 22, em que o revestimento é um sistema precursor compreendendo:

(i) água e um aluminato de metal;

(ii) água e um silicato de metal; e, se apropriado,

20 (iii) o dito líquido orgânico.

24. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 23, em que o polímero espumado tem uma densidade de 5-500 kg/m³.

25 25. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes de 9 a 23, em que o polímero espumado incluindo o revestimento tem uma densidade de 10-1000 kg/m³, em uma base de revestimento seco.

26. Compósito de um polímero espumado tendo um revestimento com propriedades retardantes de fogo, caracterizado pelo fato de que o revestimento é produzido usando-se uma composição de formação de gel aquoso, compreendendo uma composição de aluminossilicato, um ou mais outros ingredientes opcionais.

30 27. Compósito de acordo com a reivindicação 26, em que a

composição de formação de gel aquoso ulteriormente compreende um líquido orgânico de aumento de integridade de película.

28. Compósito de acordo com a reivindicações 26 a 27, em que a composição de aluminossilicato é de 45% a 90% em peso, com base no revestimento seco.

29. Compósito de acordo com a reivindicação 28, em que a composição de aluminossilicato é de 50% a 85% em peso, com base no revestimento seco.

30. Compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 26 a 29, em que o teor de umidade do revestimento seco não é mais do que 40%, de preferência não mais do que 35% e mais de preferência não mais do que 20% em peso.

31. Compósito de acordo com a reivindicação 30, em que o revestimento seco tem um teor de umidade de 16% em peso, ou menos.

32. Compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 26 a 31, em que o revestimento ulteriormente compreende pelo menos um metal ou óxido de metal em uma quantidade de até 16%, de preferência até 8% em peso do revestimento seco.

33. Compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 27 a 32, em que o líquido orgânico compreende até 16% em peso do revestimento seco.

34. Compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 26 a 34, em que o aluminossilicato tem uma razão molar de Si:Al de desde 3 a 30, tipicamente até 15, de preferência até 10.

35. Uso de um compósito como definido em qualquer uma das reivindicações 26 a 34, como um material de construção.

36. Uso de acordo com a reivindicação 35, em construções.

37. Uso de um compósito como definido em qualquer uma das reivindicações 26 a 34, como um isolante.

38. Uso de acordo com a reivindicação 37, em construções.

39. Uso de acordo com a reivindicação 35-36, em que o material de construção é escolhido do grupo painel, porta, cobertura, forro e cerâmica.

40. Uso de um compósito como definido em qualquer uma das reivindicações 26-34, como um material de construção para a vedação.

RESUMO

Patente de Invenção: "MÉTODO PARA A FABRICAÇÃO DE UM COMPÓSITO RETARDANTE DE FOGO E COMPÓSITO ASSIM OBTIDO".

5 A presente invenção refere-se a um método de fabricação de um compósito retardante de fogo, um compósito de um polímero espumado tendo um revestimento com propriedades retardantes de fogo, e também ao uso de tais compósitos. O método de acordo com a presente invenção compreende as seguintes etapas:

- 10 i) provisão de contas de polímero espumado,
- ii) aplicação de um revestimento sobre as contas da etapa i) e
- iii) modelagem das contas assim revestidas para dar o dito compósito.