



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(21) PI 0813592-4 A2**



**(22) Data do Depósito: 05/08/2008**

**(43) Data da Publicação Nacional: 04/08/2020**

**(54) Título:** "COMPOSIÇÃO COM BASE EM TEREFALATO DE POLITRIMETILENO, PROCESSO PARA PREPARAR A COMPOSIÇÃO E ARTIGO PRODUZIDO A PARTIR DE COMPOSIÇÃO"

**(51) Int. Cl.:** C08K 5/00; C08K 5/42; C08K 5/19; C08K 5/34; C08K 5/50; (...).

**(30) Prioridade Unionista:** 06/08/2007 US 11/834,279.

**(71) Depositante(es):** E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

**(72) Inventor(es):** JING CHUNG CHANG; CHRISTOPHER P. JUNK; YUANFENG LIANG; JOSEPH P. MCKEOWN; MATTHEW ARTHUR PAGE.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2008072174 de 05/08/2008

**(87) Publicação PCT:** WO 2009/020946 de 12/02/2009

**(85) Data da Fase Nacional:** 05/02/2010

**(57) Resumo:** COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFALATO DE POLITRIMETILENO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFALATO DE POLITRIMETILENO E ARTIGO. A presente invenção está relacionada a composições aprimoradas de tereftalato de politrimetileno retardadoras de chamas pela inclusão de um sal sulfonato fluorado como um aditivo retardador de chama.

**"COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFTALATO DE POLITRIMETILENO,  
PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO À BASE DE  
TEREFTALATO DE POLITRIMETILENO E ARTIGO"**

**REFERÊNCIA CRUZADA AOS PEDIDOS RELACIONADOS**

5        / O presente pedido está relacionado ao pedido US 11/834,232 de propriedade comum dos Estados Unidos, depositado em 6 de Agosto de 2007, intitulado "FLAME RETARDANT POLYTRIMETHYLENE TEREPHTALATE COMPOSITION" (Referência interna CL3587); pedido US 11/834,248 de propriedade comum dos Estados Unidos, depositado em 6 de Agosto de 2007, 10 intitulado "FLAME RETARDANT POLYTRIMETHYLENE TEREPHTALATE COMPOSITION" (Referência interna CL3879); pedido US 11/834,260 de propriedade comum dos Estados Unidos, depositado em 6 de Agosto de 2007, intitulado "FLAME RETARDANT POLYTRIMETHYLENE TEREPHTALATE COMPOSITION" (Referência interna CL3880); e pedido US 11/834,289 de 15 propriedade comum dos Estados Unidos, depositado em 6 de Agosto de 2007, intitulado "FLAME RETARDANT POLYTRIMETHYLENE TEREPHTALATE COMPOSITION" (Referência interna CL3942).

**CAMPO DA INVENÇÃO**

20      A presente invenção está relacionada a composições de tereftalato de politrimetileno retardadoras de chamas compreendendo sais de sulfonato fluorado como um aditivo retardador de chama.

**ANTECEDENTES DA INVENÇÃO**

25      O tereftalato de politrimetileno ("PTT") é em geral preparado pela reação de policondensação de 1,3-propanodiol com ácido tereftálico ou ésteres de ácido tereftálico. A resina PTT, quando comparada a tereftalato de polietileno ("PET", produzido com etileno glicol em oposição a 1,3-propano diol) ou tereftalato de polibutileno ("PBT", produzido com 1,4-butano diol em oposição à 1,3-propano diol), é superior em características mecânicas,

resistência a intempéries, resistência a envelhecimento por calor e resistência a hidrólise.

PTT, PET e PBT encontram uso em muitas áreas de aplicação (tais como carpetes, decoração de ambientes, partes automotivas e partes eletrônicas) que necessitam um determinado nível de retardamento de chama. É sabido que PTT em (e por) si mesmo pode, sob determinadas circunstâncias, apresentar retardamento a chama insuficiente, o que atualmente limita muitas das referidas áreas de aplicação.

Diversas tentativas de aprimorar as propriedades de retardamento de chama das composições PTT têm sido feitas através da adição de diversos aditivos retardadores de chama. Por exemplo, composições PTT contendo retardadores de chama do tipo halogênio foram amplamente estudadas. Por exemplo, o documento GB 1473369 divulga uma composição de resina contendo tereftalato de polipropileno ou PBT, éter decabromodifenílico, trióxido de antimônio e asbestos. O documento US 4131594 divulga uma composição de resina contendo PTT e um copolímero de enxerto retardador de chama do tipo halogênio, tais como um oligômero de policarbonato de éter decabromobifenílico ou tetrabromobisfenol A, óxido de antimônio e fibra de vidro.

Diversas tentativas têm sido feitas para preparar formulações de poliéster retardadoras de chama livres de halogênio. Processos para produzir retardador de chama de poliésteres ao usar retardadores de chama livres de halogênio à base de compostos contendo P e contendo N são bem conhecidos. Assim, o documento JP-A-06/157880 descreve tereftalatos de polialquíleno contendo cianurato de melamina e um fosfato aromático. O documento JP-B-3115195 descreve poliésteres com compostos N-heterocíclicos e um composto de grupo polifuncional e opcionalmente um retardador de chama à base de P. O documento US 4203888 divulga um poliéster com difosfatos orgânicos.

Entretanto a composições não exibem boa estabilidade térmica especialmente em envelhecimento por calor prolongado.

Os documentos EP-A-0955338, EP-A-0955333 e JP-A-O 7/310284 propõem composições de resina PBT contendo cianurato de melamina, polifosfato de amônia ou polifosfato de melamina, éster fosfato e fibra de vidro. As referidas composições, entretanto, apresentam uma grande deformação de empenamento e uma aparência pobre quando moldadas, e assim não podem satisfazer de modo suficiente as necessidades do mercado.

O documento US 2002/0120076 A1 descreve uma composição de moldagem de poliéster com uma combinação aprimorada de capacidade de fluxo e propriedades mecânicas. A composição de moldagem compreende a partir de 80 a 99,9 partes em peso de poliéster termoplástico e a partir de 0,1 a 20 partes em peso de um copolímero de enxerto de poliamina-poliamida onde o total das partes em peso do poliéster e do copolímero de enxerto é 100. O copolímero de enxerto de poliamina-poliamida é preparado utilizando os monômeros a seguir: (a) a partir de 0,5 a 25 % em peso, preferivelmente a partir de 1 a 20 % em peso, e particularmente preferivelmente a partir de 1,5 a 16 % em peso, com base no copolímero de enxerto, de uma poliamina ramificada possuindo pelo menos 4 átomos de nitrogênio, preferivelmente pelo menos 8 átomos de nitrogênio, e particularmente preferivelmente pelo menos 11 átomos de nitrogênio, e dotada de um número médio de massa molar  $M_n$  de pelo menos 146 g/mol, preferivelmente de pelo menos 500 g/mol, e particularmente preferivelmente de pelo menos 800 g/mol, e (b) monômeros de formação de poliamida selecionados a partir de lactamas, ácidos  $\omega$ -aminocarboxílicos, e/ou a partir de combinações equimolares de diamina e ácido dicarboxílico.

Há ainda necessidade de proporcionar composições PTT com propriedades aprimoradas de retardamento de chama.

### DESCRÍÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

De acordo com a presente invenção, foi observado que sais sulfonato fluorados podem ser misturados em PTTs para aprimorar de modo eficaz as propriedades de retardamento de chama dos referidos PTTs.

5 A presente invenção assim proporciona uma composição à base de PTT compreendendo: (a) de cerca de 75 a cerca de 99,9 % em peso de um componente de resina (com base no peso total da composição) compreendendo pelo menos cerca de 70 % em peso de PTT (com base no peso do componente de resina), e (b) de cerca de 0,02 a cerca de 25 % em  
10 peso de um pacote de aditivos (com base no peso total da composição), em que o pacote de aditivos compreende de cerca de 0,02 a cerca de 5 % em peso de um sal sulfonato fluorado como um aditivo retardador de chama (com base no peso total da composição).

O PTT é do tipo produzido por policondensação de ácido tereftálico ou ácido equivalente e 1,3-propanodiol, com o 1,3-propanodiol preferivelmente sendo do tipo que é obtido bioquimicamente a partir de uma fonte renovável (1,3-propanodiol "biologicamente derivado").

A invenção também se refere a um processo para preparar uma composição à base de PTT com retardamento de chama aprimorado,  
20 compreendendo as etapas de:

- a) fornecer o sal sulfonato fluorado e o PTT;
- b) misturar o PTT e o sal sulfonato fluorado para formar uma mistura; e
- c) aquecer e misturar a mistura com agitação para formar a  
25 composição.

Outro aspecto da invenção se refere a artigos (tais como fibras, filmes e partes moldadas) compreendendo a composição PTT, os referidos artigos dotados de propriedades aprimoradas de retardamento de chama.

Preferivelmente a composição PTT compreende de cerca de 0,1 a cerca de 1 % em peso, mais preferivelmente a partir de cerca de 0,5 a cerca de 1 % em peso por cento, do sal sulfonato fluorado, com base no peso total da composição.

5

#### DESCRÍÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Todas as publicações, pedidos de patente, patentes e outras referências aqui mencionadas, se não de outro modo indicado, são explicitamente aqui incorporadas por referência em sua totalidade para todos os fins como se amplamente determinado.

10

A não ser que definido de outro modo, todos os termos técnicos e científicos usados aqui são dotados do mesmo significado comumente entendido por aquele versado na técnica à qual pertence a presente invenção. Em caso de conflito, a presente especificação, incluindo definições, irá controlar.

15

Exceto onde expressamente observado, as marcas registradas são mostradas em letras maiúsculas:

A não ser que determinado o contrário, todos os percentuais, partes, proporções, etc., são em peso.

20

Quando uma quantidade, concentração, ou outro valor ou parâmetro é oferecido como uma faixa, a faixa preferida ou uma lista de valores superiores preferidos e valores inferiores preferidos, isto deve ser entendido como especificamente descrevendo todas as faixas formadas a partir de qualquer par de qualquer faixa de limite superior ou valor preferido e qualquer faixa de limite inferior ou valor preferido, independente de se as faixas são separadamente descritas. Onde uma faixa de valores numéricos é descrita aqui, a não ser que de outro modo determinado, a faixa pretende incluir os pontos finais da mesma, e todos os números inteiros e frações inseridos na faixa. Não é pretendido que o âmbito da invenção seja limitado aos valores

específicos recitados quando definindo uma faixa.

Quando o termo "cerca de" é usado na descrição de um valor ou um ponto final de uma faixa, a descrição deve ser entendida de modo a incluir o valor específico ou ponto final referido aqui.

5           Como usados aqui, os termos "compreende," "compreendendo," "inclui," "incluindo," "dotado de," "dotada de" ou qualquer outra variação dos mesmos, pretendem cobrir uma inclusão não exclusiva. Por exemplo, um processo, método, artigo, ou aparelho que compreende uma lista de elementos não é necessariamente limitado à apenas os referidos elementos, mas pode  
10          incluir outros elementos não expressamente relacionados ou inerentes ao referido processo, método, artigo, ou aparelho. Ademais, a não ser que expressamente determinado o contrário, "ou" se refere a um "ou" inclusivo e não a um "ou" exclusivo. Por exemplo, uma condição A "ou" B é satisfeita por qualquer um dos a seguir: A é verdadeiro (ou presente) e B é falso (ou não presente), A é falso (ou não presente) e B é verdadeiro (ou presente), e ambos  
15          A e B são verdadeiros (ou presentes).

O uso de "um", "uma" é empregado para descrever elementos e componentes da invenção. Isto é realizado meramente por conveniência e para proporcionar um sentido geral da invenção. A presente descrição deve ser lida  
20          para incluir um e pelo menos um e o singular também inclui o plural a não ser que seja óbvio que signifique o contrário.

Os materiais, métodos, e exemplos aqui são apenas ilustrativos e, exceto como especificamente determinado, não pretendem ser limitativos. Embora métodos e materiais similares ou equivalentes àqueles descritos aqui  
25          possam ser usados na prática ou teste da presente invenção, métodos e materiais adequados são aqui descritos.

#### COMPONENTE DE RESINA

Como indicado acima, o componente de resina (e composição

como um todo) compreende a quantidade predominante de um PTT.

Os PTTs adequados para uso na invenção são bem conhecidos na técnica, e convenientemente preparados pela policondensação de 1,3-propano diol com ácido tereftálico ou equivalente de ácido tereftálico.

5 Por "equivalente de ácido tereftálico" se quer dizer compostos que apresentem desempenho substancialmente como ácidos tereftálicos em reação com glicóis poliméricos e dióis, como seria em geral reconhecido por uma pessoa versada na técnica relevante. Equivalentes de ácidos tereftálicos para o objetivo da presente invenção incluem, por exemplo, ésteres (tais como 10 tereftalato de dimetila), e derivados de formação de éster tais como haletos ácidos (por exemplo, cloretos ácidos) e anidridos.

Preferidos são ácido tereftálico e ésteres de ácido tereftálico, mais preferivelmente o éster dimetílico. Métodos para a preparação de PTTs são discutidos, por exemplo, nos documentos US 6277947, US 6326456, US 15 6657044, US 6353062, US 6538076, US 2003/0220465A1 e pedido de patente US 1 1/638919 (depositado em 14 De Dezembro de 2006, intitulado "Continuous Process for Producing Poly(trimethylene Terephthalate").

O 1,3-propanodiol para uso na produção do PTT é preferivelmente bioquimicamente obtido a partir de uma fonte renovável (1,3-propanodiol "biologicamente derivado").

Uma fonte particularmente preferida de 1,3-propanodiol é por meio de um processo de fermentação usando uma fonte biológica renovável. Como um exemplo ilustrativo de um material de partida a partir de uma fonte renovável, vias bioquímicas para 1,3-propanodiol (PDO) foram descritas as 25 quais utilizam matérias primas produzidas a partir de recursos biológicos e renováveis tais como matéria prima de milho. Por exemplo, cepas biológicas capazes de converter glicerol em 1,3-propanodiol são encontradas nas espécies *Klebsiella*, *Citrobacter*, *Clostridium*, e *Lactobacillus*. A técnica é

descrita em diversas publicações, incluindo as anteriormente incorporadas, US 5633362, US 5686276 e US 5821092. O documento US 5821092 divulga, entre outras coisas, um processo para produção biológica de 1,3-propanodiol a partir de glicerol usando organismos recombinantes. O processo incorpora bactéria 5 *E. coli*, transformada com gene desidratase pdu hiol heterólogo, dotada de especificidade para 1,2-propanodiol. A *E. coli* transformada é desenvolvida na presença de glicerol como uma fonte de carbono e 1,3-propanodiol é isolada a partir do meio de desenvolvimento. Uma vez que não só bactéria como levedura pode converter glicose (por exemplo, açúcar de milho) ou outros 10 carboidratos em glicerol, os processos descritos nas referidas publicações proporcionam uma fonte rápida, econômica e ambientalmente responsável de monômero 1,3-propanodiol.

O 1,3-propanodiol biologicamente derivado, tal como produzido pelo processo descrito e referenciado acima, contém carbono proveniente do 15 dióxido de carbono atmosférico incorporado pelas plantas, que compõe a matéria prima para a produção do 1,3-propanodiol. Deste modo, o 1,3-propanodiol biologicamente derivado preferido para uso no contexto da presente invenção contém apenas carbono renovável, e não carbono à base de combustível fóssil ou à base de petróleo. O tereftalato de politrimetileno com 20 base no mesmo utilizando o 1,3-propanodiol biologicamente derivado, portanto, oferece menos impacto ao ambiente na medida em que o 1,3-propanodiol usado não esgota os combustíveis fósseis em extinção e, com degradação, libera carbono negro para a atmosfera para uso pelas plantas mais uma vez. Assim, as composições da presente invenção podem ser caracterizadas como 25 mais naturais e dotadas de menos impacto ambiental do que as composições similares compreendendo dióis à base de petróleo.

O 1,3-propanodiol biologicamente derivado, e tereftalato de politrimetileno baseado no mesmo, podem ser distinguidos a partir de

compostos similares produzidos a partir de uma fonte petroquímica ou a partir de carbono de combustível fóssil por impressão digital de carbono isotópico dupla. O referido método distingue de modo útil os materiais quimicamente idênticos, e compartilha material de carbono pela fonte (e possivelmente ano) de desenvolvimento do componente biosférico (planta). Os isótopos,  $^{14}\text{C}$  e  $^{13}\text{C}$ , aportam informação complementar a este problema. O isótopo de datação de carbono ( $^{14}\text{C}$ ), com sua meia vida nuclear de 5730 anos, claramente permite o compartilhamento de espécime de carbono entre matérias primas fóssil ("morto") e biosférico ("vivo") (Currie, L. A. "Source Apportionment of Atmospheric Particles," Characterization of Environmental Particles, J. Buffel e H. P. van Leeuwen, Eds., 1 de Vol. I da IUPAC Environmental Analytical Chemistry Series (Lewis Publishers, Inc) (1992) 3-74). A suposição fundamental na datação de radiocarbono é que a constância de concentração de  $^{14}\text{C}$  na atmosfera leva à constância de  $^{14}\text{C}$  em organismos vivos. Quando se lida com uma amostra isolada, a idade da amostra pode ser deduzida aproximadamente pela relação:

$$t = (-5730/0,693)\ln(A/A_0)$$

em que  $t$  = idade, 5730 anos é a meia vida do radiocarbono, e  $A$  e  $A_0$  são a atividade específica de  $^{14}\text{C}$  da amostra e do padrão moderno, respectivamente (Hsieh, Y., Soil Sci. Soc. Am J., 56, 460, (1992)). Entretanto, em função do teste nuclear atmosférico desde 1950 e da queima de combustível fóssil desde 1850,  $^{14}\text{C}$  adquiriu uma segunda característica de tempo geoquímico. Sua concentração no  $\text{CO}_2$  atmosférico, e consequentemente na biosfera viva, aproximadamente dobrou no auge dos testes nucleares, em meados dos anos 60. Desde então está gradualmente retornando ao coeficiente de isótopo de linha-basal (atmosférico) cosmogênico de estado estável ( $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ ) de ca.  $1.2 \times 10^{-12}$ , com uma "meia vida" de relaxamento aproximada de 7-10 anos. (A referida última meia vida não deve

ser entendida literalmente; ou seja, se deve usar a função de entrada/queda nuclear atmosférica detalhada para se traçar a variação da atmosfera de  $^{14}\text{C}$  biosférico desde o início da idade nuclear). É a referida última característica de tempo de  $^{14}\text{C}$  biosférico que mantém a promessa de datação anual de carbono biosférico recente.  $^{14}\text{C}$  pode ser medido com espectrometria de massa com aceleração (AMS), com resultados dados em unidades de "fração de carbono moderno" ( $f_M$ ).  $f_M$  é definido por National Institute of Standards and Technology (NIST) Padrão Reference Materials (SRMs) 4990B e 4990C, conhecidos como padrões de ácidos oxálicos HOxI e HOxII, respectivamente. A definição fundamental se refere a 0,95 vezes a proporção de isótopo  $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$  HOxI (referenciado para AD 1950). Isto é basicamente equivalente à deterioração corrigida da madeira da revolução pré-industrial. Para a biosfera viva atual (material vegetal),  $f_M = 1,1$ .

A proporção de isótopo de carbono estável ( $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ) proporciona uma via complementar para originar discriminação e divisão proporcional. A proporção de  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  em um determinado material bio-original é uma consequência da proporção de  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  no dióxido de carbono atmosférico no momento em que o dióxido de carbono é fixado e também reflete o trajeto metabólico preciso. Variações regionais também ocorrem. Petróleo, plantas C<sub>3</sub> (as folhas grandes), plantas C<sub>4</sub> (as gramíneas) e os carbonatos marinhos todos apresentam diferenças significantes em  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  e os valores correspondentes δ  $^{13}\text{C}$ . Ademais, a matéria lipídica das plantas C<sub>3</sub> e C<sub>4</sub> analisam de modo diferente do que os materiais derivados a partir de componentes carboidratos das mesmas plantas como uma consequência do trajeto metabólico. Com relação à precisão da medição,  $^{13}\text{C}$  apresenta grandes variações em virtude dos efeitos de funcionamento isotópico, o mais significante dos quais para a presente invenção é o mecanismo fotossintético. A principal causa das diferenças na proporção de isótopo de carbono nas plantas está proximamente

associada com as diferenças na via fotossintética do metabolismo de carbono nas plantas, particularmente a reação que ocorre durante a carboxilação primária, isto é, a fixação inicial do CO<sub>2</sub> atmosférico. Duas grandes classes de vegetação são aqueles que incorporam o ciclo fotossintético de "C<sub>3</sub>" (ou Calvin-Benson) e aquelas que incorporam o ciclo fotossintético "C<sub>4</sub>" (ou Hatch-Slack).

5 Plantas C<sub>3</sub>, tais como madeiras de lei e coníferas, são dominantes nas zonas de clima temperado. Nas plantas C<sub>3</sub>, a fixação primária do CO<sub>2</sub> ou reação de carboxilação envolve a enzima ribulose-1,5-difosfato carboxilase e o primeiro produto estável é um composto de carbono-3. As plantas C<sub>4</sub>, por outro lado,

10 incluem as referidas plantas tais como gramíneas tropicais, milho e cana de açúcar. Nas plantas C<sub>4</sub>, uma reação de carboxilação adicional envolvendo outra enzima, fosfenol-piruvato carboxilase, é a reação de carboxilação principal. O primeiro composto de carbono estável é um ácido carbono-4, que é subsequentemente descarboxilado. O CO<sub>2</sub> assim liberado é refixado pelo ciclo

15 C<sub>3</sub>.

Ambas as plantas C<sub>4</sub> e C<sub>3</sub> exibem uma faixa de proporções isotópicas <sup>13</sup>C/<sup>12</sup>C, mas valores típicos são ca. -10 to -14 por mil (C<sub>4</sub>) e -21 a -26 por mil (C<sub>3</sub>) (Weber *et al.*, *J. Agric. Food Chem.*, 45, 2942 (1997)). Carvão e petróleo se encontram em geral nesta última faixa. A escala de medição de <sup>13</sup>C foi originalmente definida por um ajuste zero por uma pedra calcária belenite *pee dee* (PDB), onde os valores são dados em partes por mil desvios a partir deste material. Os valores " $\delta^{13}\text{C}$ " são em partes por mil (por mil), abreviados ‰, e são calculados como a seguir:

$$\delta^{13}\text{C} \equiv \frac{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{amostra}} - (^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{padrão}}}{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{padrão}}} \times 1000 \text{ ‰}$$

Uma vez que o material de referência PDB foi esgotado, uma

25 série de alternativas RMs foi desenvolvida em cooperação com IAEA, USGS, NIST, e outros laboratórios internacionais de isótopos selecionados. As

notações para o desvio por mil a partir de PDB é  $\delta^{13}\text{C}$ . As medições são produzidas em  $\text{CO}_2$  por espectrometria de massa estável de alta precisão (IRMS) em massas de íons moleculares 44, 45 e 46.

O 1,3-propanodiol biologicamente derivado, e composições 5 compreendendo 1,3-propanodiol biologicamente derivado, portanto, podem ser completamente distinguidas a partir de suas contrapartes petroquimicamente derivadas à base de  $^{14}\text{C}$  ( $f_M$ ) e impressão digital de carbono isotópico duplo, indicando novas composições de matéria. A capacidade de distinguir os referidos produtos é benéfica no rastreio dos referidos materiais no comércio. 10 Por exemplo, produtos que compreendem perfis de isótopos de carbono tanto “novo” como “antigo” podem ser distinguidos a partir de produtos produzidos apenas a partir de materiais “antigos”. Então, os referidos materiais podem ser seguidos no comércio com base em seus perfis únicos e com o objetivo de definir competição, para determinar vida de armazenamento, e em especial, 15 para avaliar o impacto ambiental.

Preferivelmente o 1,3-propanodiol usado como um reagente ou como um componente do reagente na produção de PTT será dotado de uma pureza superior a cerca de 99 %, e mais preferivelmente superior a cerca de 99,9 %, em peso conforme determinado por análise cromatográfica a gás. 20 Particularmente preferidos são os 1,3-propanodióis purificados como descrito nos documentos US 7038092, US 7098368, US 708431 1 e US 20050069997 A1.

O 1,3-propanodiol purificado é dotado das características a seguir:

(1) uma absorção de ultravioleta a 220 nm de menos do que 25 cerca de 0,200, e a 250 nm de menos do que cerca de 0,075, e a 275 nm de menos do que cerca de 0,075; e/ou

(2) a composição dotada de um valor de cor CIELAB “ $b^*$ ” de menos do que cerca de 0,15 (ASTM D6290), e uma absorção a 270 nm de

menos do que cerca de 0,075; e/ou

(3) uma composição peróxido de menos do que cerca de 10 ppm; e/ou

(4) uma concentração de impurezas orgânicas totais 5 (compostos orgânicos diferentes de 1,3-propanodiol) de menos do que cerca de 400 ppm, mais preferivelmente menos do que cerca de 300 ppm, e ainda mais preferivelmente menos do que cerca de 150 ppm, como medido por cromatografia a gás.

Os PTTs úteis na presente invenção podem ser homopolímeros 10 de PTT (derivados substancialmente a partir de 1,3-propano diol e ácido tereftálico e/ou equivalente) e copolímeros, por si só ou em misturas. Os PTTs usados na presente invenção preferivelmente contêm cerca de 70 moles % ou mais de unidades de repetição derivadas a partir de 1,3-propano diol e ácido tereftálico (e/ou um equivalente das mesmas, tais como tereftalato de dimetila).

O PTT pode conter até 30 moles % de unidades de repetição produzidas a partir de outros dióis ou diácidos. Os outros diácidos incluem, por exemplo, ácido isoftálico, ácido 1,4-cicloexano dicarboxílico, ácido 2,6-naftaleno dicarboxílico, ácido 1,3-cicloexano dicarboxílico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido 1,2-dodecano dióico, e os 20 derivados dos mesmos tais como os ésteres dimetila, dietila ou dipropila destes ácidos dicarboxílicos. Os outros dióis incluem etileno glicol, 1,4-butano diol, 1,2-propanodiol, dietileno glicol, trietileno glicol, 1,3-butano diol, 1,5-pentano diol, 1,6-hexano diol, 1,2-, 1,3- e 1,4-cicloexano dimetanol, e os dióis e polióis de cadeia longa produzido pelos produtos de reação dos dióis ou polióis com 25 óxidos de alquileno.

Polímeros PTT úteis na presente invenção podem também incluir monômeros funcionais, por exemplo, até cerca de 5 moles % de compostos sulfonato úteis para proporcionar capacidade de coloração catiônica. Exemplos

específicos de compostos sulfonato catiônicos incluem 5-lítio sulfoisoftalato, 5-sódio sulfoisoftalato, 5-potássio sulfoisoftalato, 4-sódio sulfo-2,6-naftalenodicarboxilato, tetrametilfosfônio 3,5-dicarbóxibenzeno sulfonato, tetrabutilfosfônio 3,5-dicarbóxibenzeno sulfonato, tributil-metilfosfônio 3,5-dicarbóxibenzeno sulfonato, tetrabutilfosfônio 2,6-dicarbóxinaftaleno-4-sulfonato, tetrametilfosfônio 2,6-dicarbóxinaftaleno-4-sulfonato, 3,5-dicarbóxibenzeno sulfonato de amônia, e ésteres derivados dos mesmos tais como metila, dimetila, e semelhante.

Mais preferivelmente, os PTTs contêm pelo menos cerca de 80 moles %, ou pelo menos cerca de 90 moles %, ou pelo menos cerca de 95 mole %, ou pelo menos cerca de 99 moles %, de unidades de repetição derivadas a partir de 1,3-propano diol e ácido tereftálico (ou equivalente). O polímero mais preferido é homopolímero de tereftalato de politrimetileno (polímero substancialmente de apenas 1,3-propano diol e ácido tereftálico ou equivalente).

O componente de resina pode conter outros polímeros misturados com o PTT tais como PET, PBT, um náilon tal como náilon-6 e/ou náilon-6,6, etc., e preferivelmente contém pelo menos cerca de 70 % em peso, ou pelo menos cerca de 80 % em peso, ou pelo menos cerca de 90 % em peso, ou pelo menos cerca de 95 % em peso, ou pelo menos cerca de 99 % em peso, de PTT com base no peso do componente de resina. Em uma modalidade preferida, o PTT é usado sem outros polímeros.

#### PACOTE DE ADITIVOS

As composições à base de PTT da presente invenção podem conter aditivos tais como antioxidantes, catalisadores residuais, deslustrantes (tais como TiO<sub>2</sub>, sulfeto de zinco ou óxido de zinco), colorantes (tais como corantes), estabilizadores, cargas (tais como carbonato de cálcio), agentes antimicrobianos, agentes antiestáticos, abrillantadores ópticos, extensores,

auxiliadores de processamento e outros aditivos funcionais, daqui adiante referidos como "aditivos de lascas". Quando usado, TiO<sub>2</sub> ou compostos similares (tais como sulfeto de zinco e óxido de zinco) são usados como pigmentos ou deslustrantes em quantidades normalmente usadas na produção 5 de composições PTT, que é até cerca de 5 % em peso ou mais (com base no peso da composição total) na produção de fibras e quantidades maiores em alguns outros usos finais. Quando usado em polímero para fibras e filmes, TiO<sub>2</sub> é adicionado em uma quantidade preferivelmente de pelo menos cerca de 0,01 % em peso, mais preferivelmente pelo menos cerca de 0,02 % em peso, e 10 preferivelmente até cerca de 5 % em peso, mais preferivelmente até cerca de 3 % em peso, e ainda mais preferivelmente até cerca de 2 % em peso (com base no peso da composição total).

Por "pigmento" referência é feita àquelas substâncias comumente referidas como pigmentos na técnica. Pigmentos são substâncias, em geral na forma de um pó seco, que proporcionam cor ao polímero ou artigo (por exemplo, lasca ou fibra). Pigmentos podem ser inorgânicos ou orgânicos, e podem ser naturais ou sintéticos. Em geral, pigmentos são inertes (por exemplo, eletronicamente neutros e não reagem com o polímero) e são insolúveis ou relativamente insolúveis ao meio ao qual os mesmos são 15 adicionados, neste caso a composição de tereftalato de politrimetileno. Em 20 alguns casos, os mesmos podem ser solúveis.

O aditivo retardador de chama usado nas composições da presente invenção é um sal sulfonato fluorado. Embora os compostos não sejam estritamente "líquidos iônicos", os mesmos são às vezes referidos como 25 tal.

Como usados aqui, o termo "líquido iônico" se refere a um líquido que consiste inteiramente de íons. Líquidos iônicos são também conhecidos como sais orgânicos líquidos, sal fundido, sais derretidos, fusões iônicas,

líquidos iônicos não aquosos, líquidos iônicos de temperatura ambiente, líquidos iônicos orgânicos e fluidos iônicos. Os referidos são mais amplamente descritos por A. Stark e K. R. Seddon em Vol. 26 de Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 5<sup>th</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc., 2007, páginas 5 836 - 920.

Como usados aqui, "fluorado" se refere a um composto que contém pelo menos um flúor em lugar de um hidrogênio. "Fluorado" não inclui por definição "perfluorado", onde todos os hidrogênios possíveis foram substituídos por flúor.

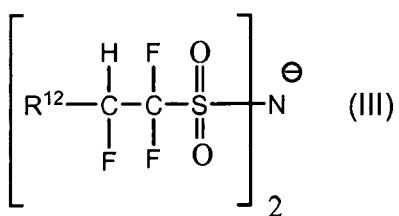
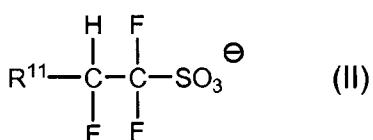
10 Preferivelmente o aditivo retardador de chama é um ou mais sais sulfonato fluorados de fórmula (I)



em que:

M<sup>+</sup> é um cátion selecionado a partir do grupo que consiste em lítio, sódio, potássio, césio, piridínio, piridazínio, pirimidínio, pirazínio, 15 imidazólíio, pirazólíio, tiazólíio, oxazólíio, triazólíio, fosfônio e amônio; e

Q<sup>-</sup> é um ânion selecionado a partir do grupo que consiste em fórmula (II) e fórmula (III),



em que cada de R<sup>11</sup> e R<sup>12</sup> são independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

20 (1) halogênio;

(2) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> ou C<sub>3</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>6</sub>, alcano ou alceno linear ou ramificado, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

5 (3) -OCH<sub>3</sub>, -OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> ou C<sub>3</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>6</sub>, alcóxi linear ou ramificado, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

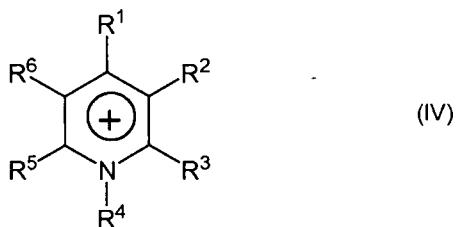
(4) C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, fluoroalquila linear ou ramificado, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

10 (5) C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, fluoroalcóxi linear ou ramificado, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

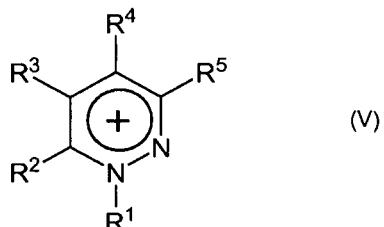
(6) C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, perfluoroalquila linear ou ramificado; e

15 (7) C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub>, preferivelmente C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, perfluoroalcóxi linear ou ramificado.

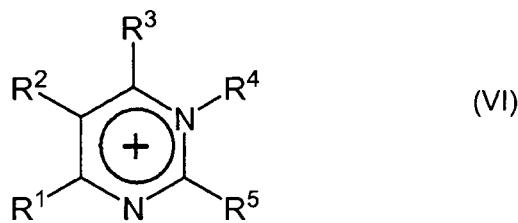
Na fórmula (I) acima, o cátion piridínio preferivelmente é dotado da fórmula (IV)



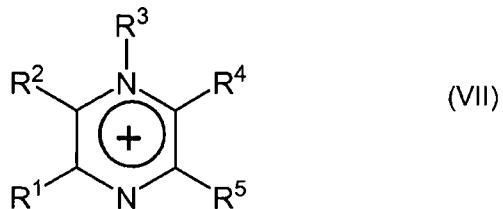
o cátion piridazínio preferivelmente é dotado da fórmula (V)



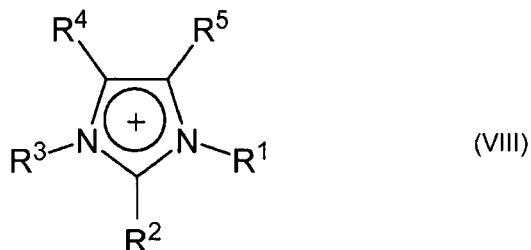
20 o cátion pirimidínio preferivelmente é dotado da fórmula (VI)



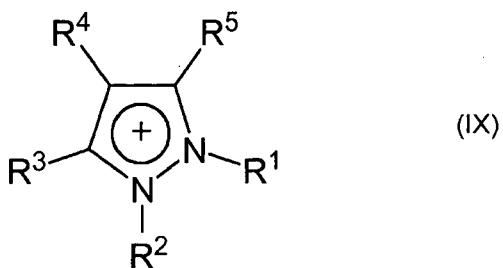
o cátion pirazínio preferivelmente é dotado da fórmula (VII)



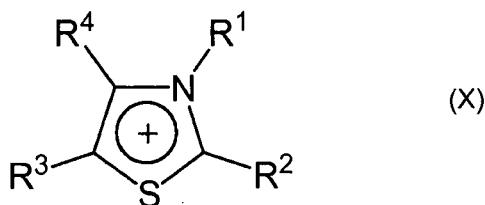
o cátion imidazólio preferivelmente é dotado da fórmula (VIII)



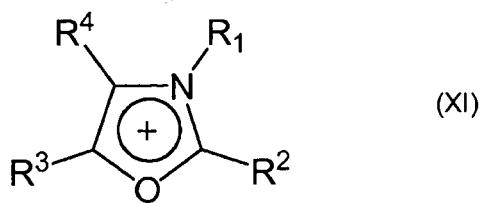
o cátion pirazólio preferivelmente é dotado da fórmula (IX)



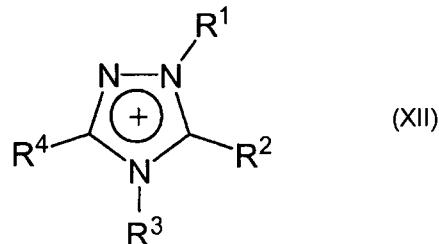
o cátion tiazólio preferivelmente é dotado da fórmula (X)



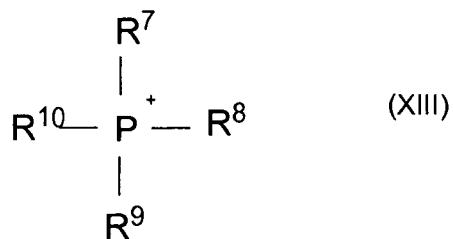
o cátion oxazólio preferivelmente é dotado da fórmula (XI)



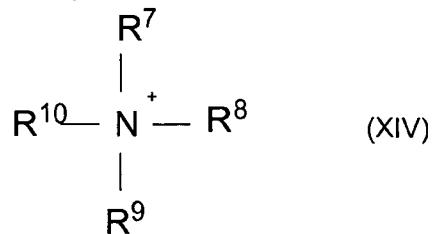
o cátion triazólio preferivelmente é dotado da fórmula (XII)



o cátion fosfônio preferivelmente é dotado da fórmula (XIII)



o cátion amônio preferivelmente é dotado da fórmula (XIV)



em que:

5             $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5$  e  $\text{R}^6$  são cada independentemente selecionados

a partir do grupo que consiste em:

(a) H

(b) halogênio

10            (c)  $-\text{CH}_3, -\text{C}_2\text{H}_5$ , ou a  $\text{C}_3$  a  $\text{C}_{25}$  (preferivelmente  $\text{C}_3$  a  $\text{C}_{20}$ ) linear,

alcano ou alceno ramificado ou cíclico, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH,  $\text{NH}_2$  e SH;

15            (d)  $\text{C}_3$  a  $\text{C}_{25}$ , preferivelmente  $\text{C}_3$  a  $\text{C}_{20}$ , alcano ou alceno cíclico

compreendendo de um a três heteroátomos selecionados a partir do grupo que

15            consiste em O, N, Si, e S, e opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH,  $\text{NH}_2$  e SH;

(e) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída dotada de um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e

(f) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída ou Heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída 5 dotada de um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e em que a referida arila substituída ou heteroarila substituída é dotada de um a três substituintes independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(1) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub>, preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>20</sub>, linear, 10 alcano ou alceno ramificado ou cílico, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH,

(2) OH,

(3) NH<sub>2</sub>, e

15 (4) SH;

R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, e R<sup>10</sup> são cada independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(g) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> (preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>20</sub>) linear, 20 alcano ou alceno ramificado ou cílico, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(h) C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> (preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>20</sub>) alcano ou alceno cílico compreendendo de um a três heteroátomos selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S, e opcionalmente substituído com pelo menos um 25 membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(j) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída dotada de um a três heteroátomos independentemente

selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e

(k) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída ou Heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída dotada de um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e em que a referida arila substituída ou heteroarila substituída é dotada de um a três substituintes independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em

(1) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub>, preferivelmente C<sub>3</sub> a C<sub>20</sub>, linear, alcano ou alceno ramificado ou cílico, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I,

10 OH, NH<sub>2</sub> e SH,

(2) OH,

(3) NH<sub>2</sub>, e

(4) SH;

e em que opcionalmente pelo menos dois de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>,

15 R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, e R<sup>10</sup> podem juntos formar um grupo alcanila ou alquenila cílico ou bicíclico.

Fontes de cátions (M<sup>+</sup>) úteis para a presente invenção são comercialmente oferecidas, ou podem ser sintetizadas por métodos conhecidos daqueles versados na técnica.

20 Ânions preferidos Q<sup>-</sup> são selecionados a partir do grupo que consiste em ânions bis(fluoroalquilsulfonil)imida e fluoroalquil sulfonila.

Exemplos específicos de sais sulfonato fluorados à base de ânions de fórmula (II) incluem 1,1,2,2-tetrafluoroetanossulfonato de potássio, 1,1,2,3,3-hexafluoropropanossulfonato de potássio, 1,1,2-trifluoro-2-(trifluorometóxi) etanossulfonato de potássio e 1,1,2-trifluoro-2-(pentafluoroetóxi) etanosulfonato de potássio.

Sais sulfonato fluoroalquila à base de ânions de fórmula (II) podem ser sintetizados a partir de olefinas terminais perfluoradas ou éteres de

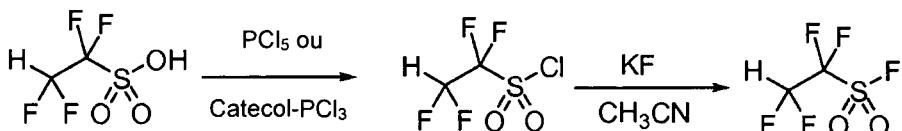
vinila perfluorados em geral de acordo com os métodos descritos nos documentos US 2006/0276670A1 (ver parágrafo 14 até parágrafo 65) e US 2006/0276671 A1 (ver parágrafo 12 até parágrafo 88). Em uma modalidade preferida dos referidos métodos, sulfito e bissulfito de potássio são usados como tampão e em outra modalidade preferida a reação é realizada na ausência de um radical iniciador. Métodos preferidos de isolamento incluem secagem a congelamento ou secagem a pulverização para isolar os produtos brutos (tais como 1,1,2,2- tetrafluoroetanossulfonato de potássio, 1,1,2,3,3,3-hexafluoropropanossulfonato de potássio, 1,1,2-trifluoro-2-(trifluorometóxi)etanossulfonato de potássio e 1,1,2-trifluoro-2-(pentafluoroetóxi)etanossulfonato de potássio a partir da mistura de reação aquosa, usando acetona para extrair os sais brutos, e cristalizar os referidos sais a partir da mistura de reação por resfriamento.

Exemplos específicos de sais sulfonato fluorados à base de ânions de fórmula (III) incluem bis(1,1,2,2-tetrafluoroetanossulfonil)imida de potássio, (1,1,2,3,3,3-hexafluoropropanossulfonil)imida de potássio, (1,1,2-trifluoro-2- (trifluorometóxi)etanossulfonil)imida de potássio.

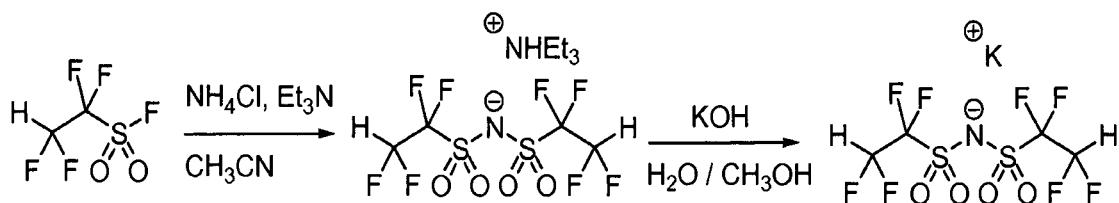
Sais bis(fluoroalquilssulfonila)imida à base de ânions de fórmula (III) podem ser sintetizados como descritos para a síntese dos compostos de sal de bis(perfluoroalquilassulfonil)imida tais como  $(R_fSO_2)_2N(-)M(+)$ . Ver, por exemplo, os documentos US 5847616; US 6252111; US 6399821; DesMarteau, D. e Hu, L.Q., Inorg. Chem. (1993), 32, 5007 - 5010; e Caporiccio, G. et al, J. Fluor. Chem. (2004), 125, 243 - 252.

Por exemplo, ácido 1,1,2,2-tetrafluoroetanossulfônico pode primeiro ser convertido no cloreto de sulfonila correspondente por reação com um reagente de cloração adequado tal como  $PCl_5$  ou catecol- $PCl_3$  como descritos nos documentos US 2403207 e EP-A-047946. O cloro pode ser substituído por flúor usando fluoreto de potássio em um solvente orgânico tal

como acetonitrila para produzir o fluoreto de sulfonila.



O fluoreto de sulfonila pode então ser recuperado, e duas moléculas do fluoreto de sulfonila podem ser acopladas (como descrito em Lyapkalo, I. M., Tetrahedron (2006) 62, 3137 - 3145) para produzir a bis(fluoroalquilssulfonila) imida. De acordo com o referido procedimento, cloreto de amônia e trietilamina ( $\text{Et}_3\text{N}$ ) são usados em um solvente orgânico tal como acetonitrila para converter o fluoreto de sulfonila no sal trietilamônio ( $\text{NHEt}_3$ ) da bis(fluoroalquilssulfonila) imida. O sal de potássio é então obtido por tratamento adicional com hidróxido de potássio em metanol aquoso.



Misturas de um ou mais sais sulfonato fluorados, assim como misturas de um ou mais sais sulfonato fluorados com um ou mais outros aditivos retardadores de chama, são adequados para uso na presente invenção.

As composições à base de PTT da invenção podem ser preparadas por técnicas de mistura convencionais bem conhecidas daqueles versados na técnica, por exemplo, composição em um extrusor de polímero, mistura de fusão, etc.

Preferivelmente o componente de resina e o aditivo retardador de chama(s) são misturados por fusão. Mais especificamente os mesmos são misturados e aquecidos a uma temperatura suficiente para formar uma mistura de fusão, e fiados em fibra ou formados em artigos formados, preferivelmente em uma maneira contínua. Os ingredientes podem ser

formados em uma composição misturada de muitas maneiras diferentes. Por exemplo, os mesmos podem ser (a) aquecidos e misturados simultaneamente, (b) pré-misturados em um aparelho separado antes de aquecer, ou (c) aquecidos e então misturados. A mistura, aquecimento e formação podem ser realizados por equipamento convencional projetados para este fim tais como extrusores, misturadores "Banbury" ou semelhante. A temperatura deve estar acima dos pontos de fusão de cada componente, mas abaixo da temperatura de ponto de decomposição mais baixa, e assim deve ser ajustada para qualquer composição particular de PTT e aditivo retardador de chama. A temperatura está tipicamente na faixa de cerca de 180 °C a cerca de 270 °C.

A quantidade de sal sulfonato fluorado aditivo utilizada é preferivelmente a partir de cerca de 0,02 a cerca de 5 % em peso, com base no peso da composição total. Mais preferivelmente, a composição PTT 15 comprehende a partir de cerca de 0,1 a cerca de 1 % em peso, e ainda mais preferivelmente a partir de cerca de 0,5 a cerca de 1 % em peso por cento, do sal sulfonato fluorado, com base no peso total da composição.

### Usos

As composições à base de PTT da presente invenção são úteis 20 em fibras, tecidos, filmes e outros artigos úteis, e métodos de produzir as referidas composições e artigos, como descrito em uma série de referências anteriormente incorporadas. As mesmas podem ser usadas, por exemplo, para produzir fibras contínuas e cortadas (por exemplo, descontínuas), fios e têxteis tricotados, tecidos e não tecidos. As fibras podem ser fibras monocompostas 25 ou fibras multicompósitas (por exemplo, bicompostas), e podem ser dotadas de muitos formatos e formas diferentes. As mesmas são úteis para aplicação em têxteis e em material para pavimentação.

Um uso final particularmente preferido das composições à base

de PTT da invenção é na produção de fibras para carpetes, tal como divulgado no documento US 7013628.

#### EXEMPLOS

Nos exemplos a seguir, todas as partes, percentuais, etc., são em  
5 peso a não ser que de outro modo indicado.

#### INGREDIENTES

O PTT usado nos exemplos foi SORONA® polímero de "semi-brilho" oferecido pela E.I. du Pont de Nemours e Company (Wilmington, Delaware).

10 O sal sulfonato fluorado utilizado no exemplo foi 1,1,2,2-tetrafluoroetanossulfonato de potássio (TFES-K) sintetizado pelo procedimento descrito no documento US 2006/0276671 A1.

A abordagem de demonstrar o aprimoramento de inflamabilidade foi para (1) compor o aditivo retardador de chama no PTT, (2) fundir um filme  
15 de PTT modificado, e (3) testar a inflamabilidade do filme para determinar o aprimoramento da inflamabilidade do o aditivo retardador de chama.

#### COMPOSIÇÃO DO ADITIVO RETARDADOR DE CHAMA

O polímero SORONA® foi seco em um forno a vácuo 120 °C por  
16 horas, e aditivo retardador de chama foi também seco em um forno a vácuo  
20 a 80 °C por 16 horas.

Polímero seco foi alimentado a um coeficiente de 18 libras/hora ao gargalo de um extrusor de parafuso duplo W & P 3OA (MJM #4, parafuso de 30 mm) com um perfil de temperatura de 190 °C na primeira zona para 250 °C na ponta do parafuso e na matriz de fio de um orifício (4,76 mm de diâmetro).

25 Aditivo retardador de chama seco foi alimentado ao gargalo do extrusor a um coeficiente necessário para alcançar a concentração especificada no polímero, por exemplo, a um coeficiente de 2 libras/hora para se obter um carregamento de 10 % no polímero. O gargalo do extrusor foi purgado com gás nitrogênio

seco durante a operação para minimizar a degradação do polímero. O sistema de extrusão foi purgado com polímero seco por > 3 minutos antes da introdução de cada aditivo retardador de chama. Polímero não modificado ou filamento de polímero composto a partir de uma matriz de 4,76 mm foi cortado  
5 em grânulos para processamento adicional em filmes.

#### PREPARAÇÃO DE FILME

Todas as amostras foram secas a 120 °C por 16 horas antes do uso na preparação dos filmes.

Amostras de polímero SORONA® não modificado e polímero  
10 SORONA® composto foram alimentadas ao gargalo de um extrusor de parafuso duplo W & P 28D (MGW #3, parafuso de 28 mm). O gargalo do extrusor foi purgado com gás nitrogênio seco durante a operação para minimizar a degradação. As temperaturas das zonas variaram a partir de 200 °C na primeira zona para 240 °C na ponta do parafuso com uma  
15 velocidade de parafuso de 100 rpm. Polímero fundido foi enviado para a matriz do filme, 254 mm de largura x 4 mm de altura, para produzir um filme de 4 mm de espessura, 254 mm de largura e até cerca de 18 metros de comprimento. O sistema extrusor foi purgado com polímero SORONA® não modificado por pelo menos 5 minutos antes da preparação do filme com  
20 cada item de teste de composto.

#### PREPARAÇÃO DA AMOSTRA DE TESTE

Para cada item de teste dez espécimes de teste foram cortados a pressão a partir de um filme de espessura de 4 mm usando uma matriz de 51 mm x 152 mm. Cinco espécimes foram cortados no filme na direção  
25 longitudinal (extrusão) e cinco espécimes foram cortados na direção transversal (perpendicular à extrusão). Os espécimes do filme foram secos a forno a 105 °C por mais de 30 minutos seguido por resfriamento em um dessecador por mais que 15 minutos antes do teste.

### TESTE DE INFLAMABILIDADE DO FILME

Um espécime de filme, 51 mm x 152 mm x 4 mm, obtido como acima descrito foi mantido em um ângulo de 45°. Uma chama de butano, 19 mm de comprimento, foi aplicada à borda inferior, 51 mm de largura do filme 5 até que a ignição ocorreu. Após a chama ter se auto-extinto, o percentual de espécime de filme que foi queimado ou que desapareceu foi determinado e foi registrado como percentual consumido. Quanto menor o resultado do percentual consumido melhor o retardamento de chama do aditivo.

### EXEMPLO COMPARATIVO A

10 Filme Sorona® PTT sem aditivo retardador de chama foi preparado e testado como acima descrito. Sem retardador de chama o filme de polímero foi completamente consumido pela chama sem se auto-extinguir; isto é, 100 % consumido.

### EXEMPLOS 1-2

15 Os resultados do teste para o Exemplo Comparativo A e Exemplos 1-2 são apresentados na Tabela 1. Como mostrado, o aditivo retardador de chama aprimorou o retardamento de chama do tereftalato de politrimetileno, mesmo em baixos níveis de 0,5 % de aditivo.

TABELA 1

Ex.	Retardador de chama	% consumida no teste de inflamabilidade				
		1,0 % em peso de retardador	0,5 % em peso de retardador	0,1 % em peso de retardador	0,05 % em peso de retardador	0 % em peso de retardador
Comp. A	Nenhum					100
1	TFES-K	25,0	23,5			
2	TFES-K		37,0	94,5	100	

## **REIVINDICAÇÕES**

1. COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFITALATO DE  
POLITRIMETILENO, caracterizada pelo fato de que compreende:

(a) de cerca de 75 a cerca de 99,9 % em peso de um componente de resina (com base no peso total da composição) compreendendo pelo menos cerca de 70 % em peso de um tereftalato de politrimetileno (com base no peso do componente de resina), e

(b) de cerca de 0,02 a cerca de 25 % em peso de um pacote de aditivos (com base no peso total da composição), em que o pacote de aditivos 10 compreende de cerca de 0,02 a cerca de 5 % em peso de um sal sulfonato fluorado como um aditivo retardador de chama (com base no peso total da composição).

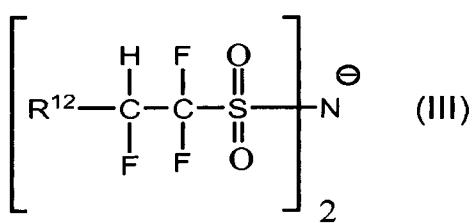
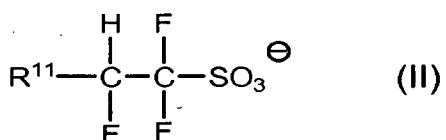
2. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que os sais sulfonatos fluorados são de fórmula (I)



na qual:

$M^+$  é um cátion selecionado a partir do grupo que consiste em lítio, sódio, potássio, césio, piridínio, piridazínio, pirimidínio, pirazínio, imidazólílio, pirazólílio, tiazólílio, oxazólílio, triazólílio, fosfônio e amônio; e

20 Q<sup>-</sup> é um ânion selecionado a partir do grupo que consiste em  
fórmula (II) e fórmula (III),



em que cada R<sup>11</sup> e R<sup>12</sup> são independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(1) halogênio;

(2) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> ou alcano ou alceno C<sub>3</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(3) -OCH<sub>3</sub>, -OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> ou alcóxi C<sub>3</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(4) fluoroalquila C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

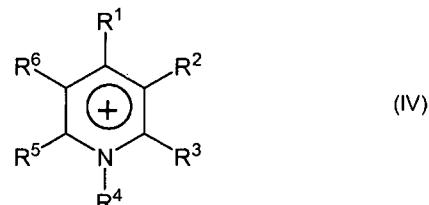
(5) fluoroalcóxi C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(6) perfluoroalquila C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada; e

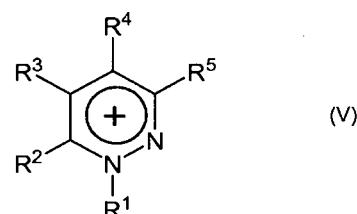
(7) perfluoroalcóxi C<sub>1</sub> a C<sub>15</sub> de cadeia linear ou ramificada.

3. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que M<sup>+</sup> é selecionado a partir do grupo que consiste em:

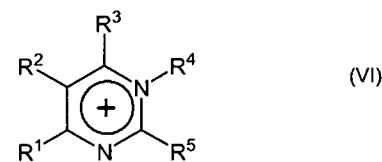
(i) um cátion piridínio de fórmula (IV)



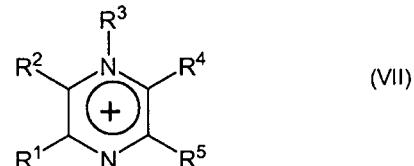
(ii) um cátion piridazínio de fórmula (V)



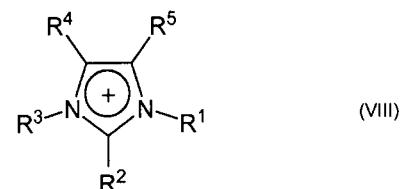
(iii) um cátion pirimidínio de fórmula (VI)



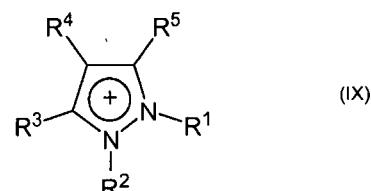
(iv) um cátion pirazínio de fórmula (VII)



(v) um cátion imidazólio de fórmula (VIII)

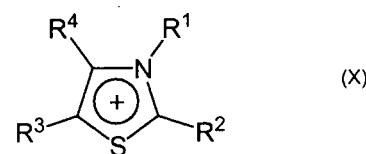


(vi) um cátion pirazólio de fórmula (IX)

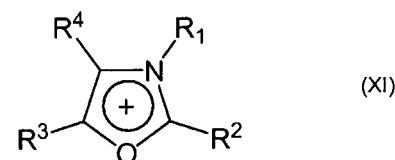


5

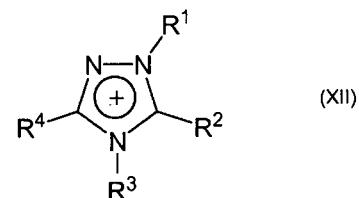
(vii) um cátion tiazólio de fórmula (X)



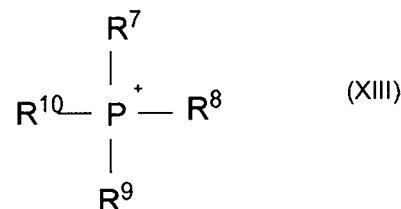
(viii) um cátion oxazólio de fórmula (XI)



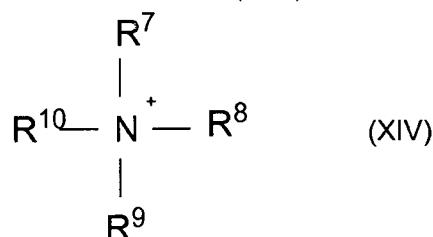
(ix) um cátion triazólio de fórmula (XII)



(x) um cátion fosfônio de fórmula (XIII)



e (xi) um cátion amônio de fórmula (XIV)



em que:

cada  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  e  $R^6$  são independentemente selecionados

5 a partir do grupo que consiste em:

(a) H

(b) halogênio

(c)  $-CH_3$ ,  $-C_2H_5$ , ou um alcano ou alceno C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> de cadeia linear, ramificada ou cíclica, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

10 (d) alceno ou alcano C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> cíclico compreendendo um a três heteroátomos selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S, e opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

15 (e) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída possuindo um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e

(f) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída possuindo um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do

grupo que consiste em O, N, Si, e S; e em que a referida arila substituída ou heteroarila substituída possui um a três substituintes independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(1) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou alcano ou alceno C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> de cadeia linear,

5 ramificada ou cíclica, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH,

(2) OH,

(3) NH<sub>2</sub>, e

(4) SH;

10 cada R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, e R<sup>10</sup> são independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(g) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou alcano ou alceno C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> de cadeia linear, ramificada ou cíclica, opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

15 (h) alceno ou alcano C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> cíclico compreendendo um a três heteroátomos selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S, e opcionalmente substituído com pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH;

(j) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> não substituída possuindo um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e

20 (k) arila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída ou heteroarila C<sub>6</sub> a C<sub>25</sub> substituída possuindo um a três heteroátomos independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em O, N, Si, e S; e em que a referida arila substituída ou 25 heteroarila substituída possui um a três substituintes independentemente selecionados a partir do grupo que consiste em:

(1) -CH<sub>3</sub>, -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, ou alcano ou alceno C<sub>3</sub> a C<sub>25</sub> de cadeia linear, ramificada ou cíclica, opcionalmente substituído com pelo menos um membro

selecionado a partir do grupo que consiste em Cl, Br, F, I, OH, NH<sub>2</sub> e SH,

- (2) OH,
- (3) NH<sub>2</sub>, e
- (4) SH;

5 e em que opcionalmente pelo menos dois de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, e R<sup>10</sup> podem juntos formar um grupo alcanila ou alcenila cíclico ou bicíclico.

10 4. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que Q<sup>-</sup> é selecionado a partir do grupo que consiste em ânions bis(fluoroalquilsulfonil)imida e fluoroalquila sulfonila.

5. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que Q<sup>-</sup> é selecionado a partir do grupo que consiste em ânions bis(fluoroalquilsulfonil)imida e fluoroalquila sulfonila.

15 6. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o pacote de aditivos compreende de cerca de 0,1 a cerca de 1 % em peso de um sal sulfato fluorado (com base no peso total da composição).

20 7. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o pacote de aditivos compreende de cerca de 0,5 a cerca de 1 % em peso de um sal sulfato fluorado (com base no peso total da composição).

25 8. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o tereftalato de politrimetileno é do tipo produzido por policondensação do ácido tereftálico ou ácido equivalente e 1,3-propanodiol.

9. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que o 1,3-propanodiol é um 1,3-propanodiol biologicamente derivado.

10. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o tereftalato de politrimetileno é um homopolímero de tereftalato de politrimetileno.

11. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1,  
5 caracterizada pelo fato de que o componente de resina compreende outro polímero.

12. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 11, caracterizada pelo fato de que o componente de resina compreende um tereftalato de polietileno.

10 13. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 11, caracterizada pelo fato de que o componente de resina compreende um tereftalato de polibutileno.

14. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 11, caracterizada pelo fato de que o componente de resina compreende um náilon.

15 15. COMPOSIÇÃO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o pacote de aditivos compreende um TiO<sub>2</sub>.

16. PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFTALATO DE POLITRIMETILENO, conforme descrita na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

20 a) fornecer o sal sulfato fluorado e o tereftalato de politrimetileno;

b) misturar o tereftalato de politrimetileno e o sal sulfato fluorado para formar uma mistura; e

25 c) aquecer e misturar a mistura com agitação para formar a composição.

17. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que a etapa (c) ocorre a cerca de 180 °C a cerca de 270 °C.

18. ARTIGO, caracterizado pelo fato de que é produzido a partir de composição à base de tereftalato de politrimetileno, conforme descrita na reivindicação 1.

19. ARTIGO, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que é na forma de uma fibra.  
5

**RESUMO****"COMPOSIÇÃO À BASE DE TEREFTALATO DE POLITRIMETILENO,  
PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO À BASE DE  
TEREFTALATO DE POLITRIMETILENO E ARTIGO"**

A presente invenção está relacionada a composições aprimoradas de tereftalato de politrimetileno retardadoras de chamas pela inclusão de um sal sulfonato fluorado como um aditivo retardador de chama.