

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

(21) **PI 0712922-0 A2**

(22) Data de Depósito: 24/05/2007
(43) Data da Publicação: 02/10/2012
(RPI 2178)



(51) *Int.Cl.:*
B32B 1/08
F16L 58/02
F16L 9/147

(54) **Título:** ESTRUTURA COMPREENDENDO CAMADA OU PERFIL DE POLIOLEFINA COM ADESÃO AUMENTADA

(30) **Prioridade Unionista:** 26/05/2006 EP 06 010822.2

(73) **Titular(es):** Borealis Technology OY

(72) **Inventor(es):** Anders Leiden, Jouni Purmonen, Kauno Alastalo, Leif Leiden

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

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2007004633 de 24/05/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/137764de 06/12/2007

(57) **Resumo:** ESTRUTURA COMPREENDENDO CAMADA OU PERFIL DE POLIOLEFINA COM ADESÃO AUMENTADA. A presente invenção refere-se a uma estrutura compreendendo (I) uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material, e (II) uma camada ou perfil de poliolefina (B) adjacente à camada ou ao perfil (A) que é composto de uma composição compreendendo uma resina de base compreendendo uma poliolefina, caracterizada pelo fato de que a superfície de qualquer um ou ambos a camada ou perfil (A) e camada ou perfil (B) foi tratada com uma composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro, a um processo para a produção de tal estrutura, a um artigo, em particular um tubo revestido, compreendendo tal estrutura e ao uso de uma composição compreendendo um composto organossilício como um promotor de adesão em tal estrutura.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**ESTRUTURA COMPREENDENDO CAMADA OU PERFIL DE POLIOLEFINA COM ADESÃO AUMENTADA**".

A presente invenção refere-se a uma estrutura compreendendo
5 uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material e uma camada
ou perfil de poliolefina (B) adjacente à camada ou perfil (A) que é composto
de uma composição compreendendo uma poliolefina. Ainda, a invenção re-
fere-se a um processo para a produção de tal estrutura, a um artigo, em par-
ticular um tubo revestido, compreendendo tal estrutura e ao uso de uma
10 composição compreendendo um composto organossilício como um promotor
de adesão em tal estrutura.

Estruturas compreendendo duas, três, quatro, cinco ou mais
camadas pelo menos uma das quais sendo uma camada de poliolefina são
conhecidas para muitas aplicações tal como o revestimento protetor de tu-
15 bos. Na produção de estruturas compreendendo uma camada/perfil de polio-
lefina é uma dificuldade conhecida que a adesão entre a camada/perfil de
poliolefina e uma camada/perfil adicional composto ou da mesma composi-
ção de poliolefina ou uma diferente ou um material diferente tal como metal
não é muito boa, de modo que geralmente a adesão entre as camadas/perfil
20 deve ser melhorada, por exemplo, através do uso de uma camada interme-
diária, para evitar deslaminção, isto é, separação indesejada das cama-
das/perfis.

Por exemplo, no revestimento de tubos de metal, especialmente
aço, geralmente três camadas de polímero são aplicadas sobre uma parede
25 de metal. A estrutura geralmente compreende uma camada epóxi que é feita
para firmemente aderir à superfície externa da parede de metal (aço) do tu-
bo, uma camada intermediária e uma camada protetora de poliolefina exter-
na que geralmente compreende um polietileno ou polipropileno de alta den-
sidade. A camada epóxi é necessária nesta estrutura em particular para pro-
30 ver uma adesão aperfeiçoada das camadas de polímero ao metal e também
para proteção de corrosão do metal. A camada de poliolefina protetora ex-
terna é necessária principalmente para prover boa proteção mecânica e me-

nos penetração de água. Finalmente, a camada intermediária, que geralmente também compreende uma poliolefina, é necessária para prover boa adesão entre a camada epóxi e a camada de poliolefina externa.

É um inconveniente desta estrutura convencional para tubos revestidos que uma camada epóxi seja usada porque, primeiro, a janela de processamento de resinas epóxi pode ser muito estreita o que leva a exigências de produção aprimoradas e frequentemente a falhas no revestimento. Segundo, sabe-se que camadas epóxi são muito quebradiças, especialmente em temperaturas de transição vítrea altas, e, terceiro, que resinas epóxi são caras.

É então um objetivo da presente invenção prover uma estrutura incluindo uma camada/perfil feito de uma composição de poliolefina, em particular uma estrutura para um tubo de metal revestido, que sem o uso de uma camada epóxi tem uma adesão suficientemente boa entre a camada/perfil de poliolefina e a camada/perfil sobre a qual a camada de poliolefina é laminada.

Foi agora surpreendentemente constatado que este objetivo pode ser alcançado através do tratamento da superfície da camada/perfil suposto estar adjacente à camada feita da composição de poliolefina e/ou à superfície da camada feita da composição de poliolefina com uma composição compreendendo um composto organossilício antes da laminação da camada/perfil de poliolefina sobre a outra camada/perfil.

Deste modo, a presente invenção provê uma estrutura compreendendo:

- (i) uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material, e
- (ii) uma camada ou perfil de poliolefina (B) adjacente à camada ou perfil (A) que é composto de uma composição compreendendo uma resina de base compreendendo uma poliolefina, caracterizado pelo fato de que a superfície de qualquer um ou ambos a camada ou perfil (A) e a camada ou perfil (B) foi tratada com uma composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

É uma vantagem da presente invenção que devido ao tratamento mencionado com uma composição compreendendo um composto organossilício, a adesão entre uma camada/perfil de poliolefina (B) e uma camada/perfil (A) adicional a serem tornados adjacentes um ao outro é altamente aperfeiçoada. É então possível prover estruturas incluindo camadas/perfis de poliolefina que têm uma resistência alta à deslaminação ou proteção e então, por exemplo, um tempo de vida grande.

É também possível, por exemplo, na produção de tubos de metal revestidos, omitir camadas de promoção de adesão, em particular camadas epóxi, e ainda obter um grau de adesão suficientemente alto ou ainda melhor entre o metal e a camada de poliolefina. A omissão de uma camada epóxi facilita ainda a produção de tais tubos porque a janela de processamento e operação é significativamente ampliada o que dá um sistema mais robusto. Ainda, custos são significativamente reduzidos.

Ainda, através da aplicação da constatação da invenção, é possível prover um chamado tubo revestido uma única vez por poliolefina, que significa um tubo que fora a parede de metal interna tem apenas uma camada de poliolefina externa adicional.

É uma vantagem adicional da presente invenção que especialmente na produção de tubos de aço revestidos o tratamento da superfície de metal com uma solução de cromato que foi até agora usada para inibição de corrosão pode ser evitada porque o tratamento com a composição compreendendo um composto organossilício provê resistência à corrosão. Então, o uso de cromatos venenosos e até mesmo carcinogênicos não é mais necessário.

Estruturas de acordo com a presente invenção podem ser também, por exemplo, tais estruturas compreendendo uma camada de barreira, por exemplo, feita de alumínio e uma camada de poliolefina, uma folha de metal revestida com uma camada de poliolefina (telhado), um perfil de metal revestido com uma camada de poliolefina ou uma estrutura compreendendo camadas/perfis de poliolefina diferentes, por exemplo, uma camada/perfil de polietileno e polipropileno.

Trazer adjacentes uns aos outros camadas/perfis (A) e (B) pode ser conseguido através de qualquer processo conhecido na técnica, tal como, por exemplo, laminação, co-extrusão ou soldagem. Por exemplo, se a camada/perfil (A) for composto de um metal, uma camada/perfil de poliolefina pode ser formado sobre ele através de extrusão, moldagem por injeção, etc.

Em que aqui o termo "poliolefina" for usado, quer dizer homoe/ou copolímeros de poliolefina que podem também ser grupos adicionais tal como grupos polares.

10 A composição que a camada ou perfil de poliolefina (B) é composto compreende uma resina de base que compreende uma poliolefina. O termo "resina de base" pretende compreender todos os componentes poliméricos que a composição (B) é composta.

15 O composto organossilício como é e também a composição compreendendo o composto organossilício que é usada para o tratamento da superfície da camada/perfil (A) e/ou (B) de preferência são isentos de compostos contendo grupos epóxi.

O composto organossilício de preferência é um composto não-polimérico.

20 A composição de poliolefina que a camada/perfil de poliolefina (B) é composto de preferência é livre de quaisquer compostos contendo grupos epóxi.

Ainda, também o material, em particular metal, que camada/perfil (A) é composto de preferência é isento de quaisquer compostos contendo grupos epóxi.

De preferência, a camada/perfil (A) é composto de uma composição de polímero, vidro, um metal ou uma liga de metal, com mais preferência é composto de um metal ou uma liga de metal.

30 É preferido que a camada/perfil (A) tenha sido tratado com a dita composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro. Isto é particularmente preferido se a camada/perfil (A) for composto de um metal ou uma liga de metal porque,

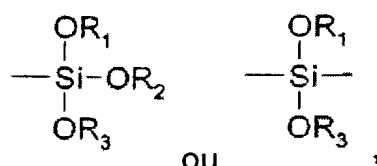
conforme acima mencionado, tratamento com a dita composição compreendendo um composto organossilício também provê inibição de corrosão.

É ainda preferido que apenas camada/perfil (A) tenha sido tratado com a dita composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

A composição usada para o tratamento de camada/perfil (A) e/ou (B) pode compreender um composto organossilício único, mas também uma mistura de dois ou mais desses compostos. Isto se aplica também a todas as modalidades preferidas do composto organossilício.

De preferência, o composto organossilício compreende um ou mais grupos hidrolisáveis que após hidrólise dão grupos silanol, isto é, grupos SiOH.

Com mais preferência, o composto organossilício não-hidrolisado compreende o elemento estrutural:

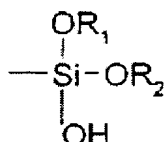


em que R_1 , R_2 e R_3 , independentemente, são selecionados de alquila, de preferência grupos metila, etila ou propila, e acetila. O composto organossilício pode compreender um ou mais desses elementos estruturais.

Exemplos de tais compostos incluem hidrocarbíl-, de preferência alquil-, trialcoxissilanos, de preferência hidrocarbíl trimetóxi-, trietóxi ou tripropoxissilanos, tal como metil trimetoxissilano, metil trietoxissilano, etil trimetoxissilano, etil trietoxissilano, n-propil trimetoxissilano, n-propil trietoxissilano, i-butil trimetoxissilano, i-butil trietoxissilano, octil trimetoxissilano, octil trietoxissilano, hexadecil trimetoxissilano e hexadecil trietoxissilano; trialcoxissilanos com funcionalidades amina e/ou enxofre, tal como 3-aminopropiltriethoxissilano e tio[bis-(propileno-3-trimethoxissilano)]; trialcoxissilanos com funcionalidade (met)acrilato, tal como gama-metacriloxipropil trimetoxissilano; e silanos oligoméricos baseados em, por exemplo, silicato de tetrametila ou silicato de tetraetila.

O composto organossilício pode também compreender um ou mais grupos tendo ligações duplas carbono-carbono, isto é, grupos alquenila.

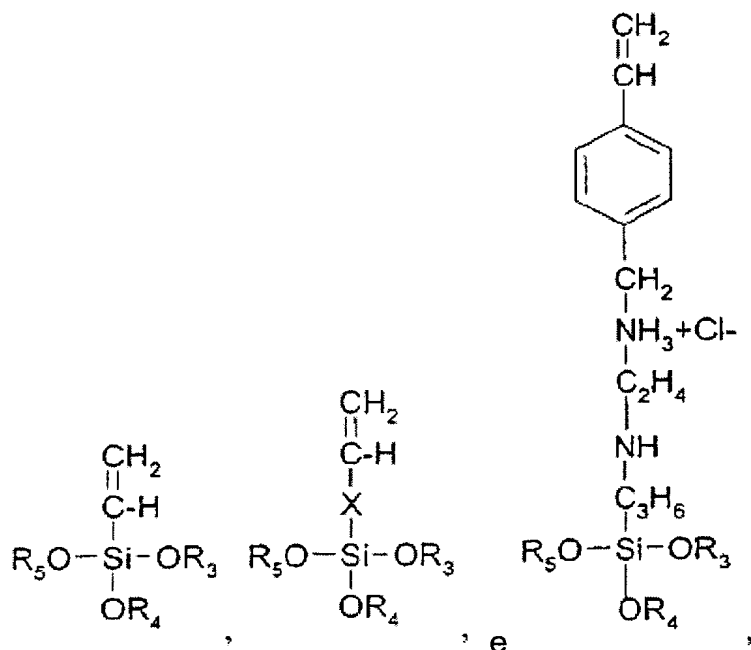
De preferência, o composto organossilano é um vinil silano hidrolisado, com mais preferência é um vinil silano hidrolisado tendo o elemento estrutural



em um terminal e um grupo vinila no terminal oposto, em que R_1 e R_2 são cada um escolhidos do grupo consistindo em hidrogênio, alquila, de preferência metila, etila e propila e acetila.

Como um precursor para os compostos preferidos mencionados acima compreendendo um ou mais grupos SiOH, silanos não-hidrolisados podem ser usados. De preferência, vinil silanos não-hidrolisados são selecionados de modo que vinil silanos hidrolisados, de preferência aqueles hidrolisados com vinil silanos indicados acima como modalidade mais preferida, são obtidos.

Com mais preferência ainda, os vinil silanos não-hidrolisados são selecionados do grupo consistindo em



em que X é um grupo alquila, e R₃, R₄ e R₅ são, cada um, escolhidos do grupo consistindo em C₁ a C₄ alquila e acetila. Com mais preferência, X é uma C₁ a C₁₀ alquila.

Em particular, o vinil silano não-hidrolisado pode ser selecionado do grupo consistindo em vinil trimetoxissilano, vinil trietoxissilano, vinil tripropoxissilano, vinil triisopropoxissilano, vinil tributoxissilano, vinil triacetoxissilano, vinilmetil trimetoxissilano, viniletil trimetoxissilano, vinilpropil trimetoxissilano e N-[2-(vinilbenzilamino)-etil]-3-aminopropil trimetoxissilano.

Tais compostos organossilano são, por exemplo, descritos na US 5.759.629. A descrição neste documento é incorporada aqui em sua totalidade. Em particular, são explicitamente referidas todas as modalidades e modalidades preferidas para os compostos organossilício, em particular as modalidades dos vinil silanos hidrolisados e os vinil silanos não-hidrolisados, revelados neste documento, sejam ou não já descritos aqui.

De preferência, tratamento da superfície da camada/perfil (A) e/ou camada/perfil (B) compreende aplicação de uma solução, geralmente uma solução anidra, do(s) composto(s) organossilano à superfície.

De preferência, a concentração total de vinil silanos não-hidrolisados usada para preparar a solução de tratamento é 4% em volume, ou maior, com base no volume total de componentes da solução. Com mais preferência, a concentração da solução é de a partir de 5 a 20% em volume.

Além do(s) composto(s) organossilício e, de preferência, água a solução pode opcionalmente também compreender pelo menos um álcool que pode ser escolhido do grupo de: metanol, etanol, propanol, butanol e isômeros dos mesmos.

De preferência, o valor do pH da solução é de a partir de 3 a 8, com mais preferência 4 a 6.

É novamente explicitamente feito referência à US 5.759.629, como se refere à aplicação da solução, e a todas as modalidades preferidas dadas nela.

Em uma modalidade preferida, a solução é pulverizada sobre a superfície final da camada/perfil a ser tratado. Em particular quando aplicada

a uma camada/perfil de metal, a camada/perfil pode ser então aquecido, por exemplo, através de aquecimento indutor, de preferência para uma temperatura de 50 a 300°C, com mais preferência 60 a 200°C para diminuir o tempo de secagem.

5 Em uma modalidade preferida da estrutura de acordo com a invenção, a poliolefina da composição que a camada ou perfil (B) é composto compreende grupos de promoção de adesão.

De preferência, os grupos de promoção de adesão são grupos polares.

10 Poliolefinas com grupos de promoção de adesão, de preferência polares, podem ser, por exemplo, preparadas através de copolimerização de monômeros de olefina com compostos comonômeros carregando tais grupos ou enxerto de compostos apropriados na estrutura principal da poliolefina após a poliolefina ter sido produzida.

15 Se copolimerização for usada para a produção da poliolefina com grupos de promoção de adesão, é preferido que um copolímero polar seja produzido que compreende um copolímero de etileno com um ou mais comonômeros selecionados de acrilatos de C₁- a C₆-alquila, metacrilatos de C₁- a C₆-alquila, monômeros hidróxi funcionais, monômeros anidrido funcionais, por exemplo, (met-)acrilato de hidroxietila, ácidos acrílicos, ácidos metacrílicos, acetato de vinila e vinil silanos. Por exemplo, o copolímero polar pode ser também um terpolímero de etileno, um dos monômeros acima mencionados e um vinil silano. O copolímero pode também conter estruturas

20 iônicas (tal como em, por exemplo, tipos Surlyn da DuPont).

25 Se enxerto for usado para obter a poliolefina com grupos de promoção de adesão, como agente de enxerto, qualquer tal agente pode ser usado que seja conhecido ser adequado para este propósito pela pessoa versada na técnica.

De preferência, o agente de enxerto ácido é um ácido carboxílico

30 insaturado ou um derivado do mesmo tal como anidridos, ésteres e sais (ambos metálicos ou não-metálicos). De preferência, o grupo insaturado está em conjugação com o grupo carboxílico.

Exemplos de tais agentes de enxerto incluem vinil silanos, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido fumárico, ácido maléico, ácido náutico, ácido citracônico, ácido itacônico, ácido crotônico, e seus anidridos, sais de metal, éteres amidas ou imidas.

- 5 Os agentes de enxerto preferidos são ácido maléico, seus derivados tal como anidrido de ácido maléico e em particular anidrido de ácido maléico.

- Enxerto pode ser realizado através de qualquer processo conhecido na técnica tal como enxerto em um fundido sem um solvente ou em solução ou dispersão ou em um leito fluidizado. De preferência, enxerto é realizado em um extrusor ou misturador aquecido tal como, por exemplo, descrito na US 3.236.917, US 4.639.495, US 4.950.541 ou US 5.194.509. Os conteúdos desses documentos são aqui incluídos a título de referência. De preferência, enxerto é realizado em um extrusor de parafuso duplo tal como descrito na US 4.950.541.
- 10
- 15

Enxerto pode ser realizado na presença ou ausência de um iniciador de radical, mas é de preferência realizado na presença de um iniciador de radical tal como um peróxido orgânico, pré-éster orgânico ou hidropéroxido orgânico.

- 20 De preferência, os grupos polares na poliolefina são selecionados de acrilatos, por exemplo, acrilatos de metila, metacrilatos de metila, acrilatos de propila, acrilatos de butila, ácidos carboxílicos tal como ácido maléico e aminas.

- A resina de base da composição de poliolefina que a camada ou perfil (B) é composto pode ou compreender um tipo de poliolefina ou uma mistura de dois ou mais tipos de poliolefinas.
- 25

Os grupos de promoção de adesão podem estar presentes em uma, várias ou todas as poliolefinas presentes na composição de poliolefina.

- De preferência, a quantidade de grupos de promoção de adesão na composição de poliolefina é de a partir de 0,01 a 5,0% em mol, com mais preferência 0,02 a 1,0% em mol, com base na quantidade total de monômeros de olefina na composição de poliolefina.
- 30

Ainda, de preferência, a poliolefina da resina de base da composição que a camada/perfil (B) é composto é um homo- ou copolímero de etileno e/ou um homo- ou copolímero de propileno ou qualquer mistura deles.

É preferido que a quantidade total de poliolefinas na resina de base da composição de poliolefina que a camada/perfil (B) é composto seja de 90% em peso ou mais.

Aditivos comuns tal como estabilizadores podem estar presentes na composição de poliolefina em uma quantidade de até 10% em peso, com mais preferência até 5% em peso e com mais preferência ainda até 1% em peso.

No entanto, na modalidade de poliolefinas carregadas é também possível que a composição compreenda um material de carga em uma quantidade de até 70% em peso. A resina de base então de preferência perfaz uma quantidade de 25% em peso ou mais.

A presente invenção também refere-se a um processo para a produção de uma estrutura caracterizada pelo fato de que a superfície de uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material e/ou a superfície de uma camada ou perfil de poliolefina (B) composto de uma composição compreendendo uma poliolefina é/são tratadas com uma composição compreendendo um composto organossilano antes da camada/perfil (A) e camada/perfil (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

Ainda a invenção refere-se a um artigo que compreende a estrutura em qualquer uma das modalidades descritas antes.

Em uma modalidade particularmente preferida, a estrutura de acordo com a invenção é um tubo revestido, com mais preferência um tubo de metal revestido em que a camada/perfil (A) é composto de um metal/liga de metal na forma de um tubo interno. Na superfície externa do dito tubo é formada uma camada de poliolefina após uma superfície externa de (A) ter sido tratada com a composição compreendendo um composto organossilício.

Ainda, para tal tubo de metal revestido, duas modalidades são preferidas.

Em uma primeira modalidade, na superfície externa da parede de metal interna uma camada adesiva de poliolefina intermediária é formada sobre a qual por sua vez uma camada de poliolefina protetora externa é formada.

5 Composições para tais camadas adesivas de poliolefina são reveladas, por exemplo, no WO 99/37730 ou WO 03/046101. O teor desses documentos é incorporado aqui em sua totalidade.

Em uma segunda modalidade, o tubo revestido é um também chamado tubo revestido uma única vez por poliolefina que significa que sobre a superfície externa da parede de metal interna a camada de poliolefina protetora externa é formada diretamente.

Nesta modalidade, é preferido que a composição de poliolefina que a camada de poliolefina protetora é composta compreenda grupos de promoção de adesão na composição em uma quantidade de a partir de 0,01 a 1,0% em peso.

Em todas as modalidades de tubos de metal revestido é especialmente preferido que a camada/perfil (A) composto de um metal/liga de metal tenha sido tratado com a dita composição compreendendo um composto organossilício antes da camada/perfil (B) ser formado sobre ele.

20 A presente invenção refere-se ainda ao uso de uma composição compreendendo um composto organossilício como um promotor de adesão em uma estrutura compreendendo uma camada/perfil composto de uma composição compreendendo uma poliolefina, em particular em qualquer uma das estruturas descritas aqui antes.

25 Experimental e Exemplos

1. Definições e métodos de medição

a) Taxa de Fluxo de Fusão

A taxa de fluxo de fusão (MFR) é determinada de acordo com ISO 1133 e é indicada em g/10 min. A MFR é uma indicação da capacidade de fluxo, e então a processabilidade, do polímero. Quanto maior a taxa de fluxo de fundido, menor a viscosidade do polímero. A MFR é determinada a 190°C para polietileno e a 230°C para polipropileno. Ela pode ser determi-

nada em cargas diferentes tal como 2,16 kg (MFR₂), 5 kg (MFR₅) ou 21,6 kg (MFR₂₁).

b) Resistência a descascamento

Adesão de polímero sobre aço foi testada através do equipamento de teste de resistência a descascamento Instron 1122 de acordo com DIN 30670. Uma faixa de 3 cm de largura é cortada da camada de revestimento. A outra extremidade da faixa é presa ao equipamento de remoção e a resistência à remoção é medida durante o descascamento da fita do aço com uma velocidade de remoção de 10 mm/min. Os resultados são expressos como N por cm.

2. Estruturas produzidas

Estruturas de tubo de aço revestido diferentes foram produzidas de acordo com o procedimento que segue:

Revestimento foi realizado em uma linha piloto de revestimento de aço que é uma linha de extrusão lateral contínua consistindo em um sistema de transporte de tubo, forno de indução, unidade de pulverização de epóxi, extrusor para polímero de adesão, extrusor para camada superior e banho de esfriamento.

Os tubos de aço usados na linha de revestimento de tubo de aço são de 1 m de comprimento e 100 mm de diâmetro.

Exemplo 1: (Comparativo)

Um tubo de aço de textura grossa de aço limpo foi posto em uma faixa de transporte de rolagem. A superfície do tubo foi aquecida para 180 a 220°C em forno de indução em poucos segundos de tempo de resistência.

Uma camada epóxi (Scotchkote 226N da 3M) foi então adicionada sobre a superfície do tubo externa quente. A espessura da camada epóxi era 120 micrometros.

Então, uma camada de polipropileno de adesão foi extrudada lateral em uma temperatura de 200°C sobre a camada epóxi. Esta camada de adesão foi feita de uma composição de copolímero heterofásico de propileno, consistindo em 80% em peso de copolímero de propileno heterofásico

não-enxertado (MFR_2 (230°C, 2,16 kg) = 3,5 g/10 min, teor de borracha: 14% em peso, teor de etileno na borracha: 35% em peso) e 20% em peso do mesmo copolímero de propileno heterofásico que tinha sido enxertado em uma linha de composição a 200°C com peróxido e anidrido de ácido maléico de modo a se obter um teor de anidrido de ácido maléico no produto de 0,7% em peso e uma MFR_2 (230°C, 2,16 kg) de 50 g/10 min. A composição de copolímero heterofásico de propileno final tinha um teor de anidrido de ácido maléico de 0,14% em peso e uma MFR_2 (230°C, 2,16 kg) de 8 g/10 min. A espessura da camada de adesão era 200 micrometros.

No estágio seguinte, uma camada superior de polipropileno feita de um copolímero de propileno heterofásico (MFR_2 (230°C, 2,16 kg) = 0,9 g/10 min, teor de borracha 13% em peso, teor de etileno total de 9% em peso) foi extrudada em uma temperatura de 220°C sobre a camada de adesão e o tubo revestido foi esfriado em um banho de esfriamento com água. A espessura da camada de revestimento era 3,3 milímetros.

Exemplo 2:

Um tubo de aço de textura grossa de aço limpo (mesmo que no Exemplo Comparativo 1) foi posto sobre a faixa de transporte de rolagem. A superfície do tubo externa foi umedecida pulverizando com 10% de solução de salina-água orgânica (Oxsilan MM-0705, disponível da Chemetall). A superfície do aço foi então aquecida para 160°C e a superfície foi seca antes da extrusão da camada de adesão. A espessura da camada então obtida foi 10 micrometros.

Extrusão da camada de adesão e da camada de revestimento superior foi realizada como no Exemplo Comparativo 1.

Exemplo 3 (Comparativo)

Extrusão de uma camada de adesão e uma camada de revestimento superior foi realizada como nos exemplos anteriores, mas antes nem uma camada de silano orgânico nem uma de epóxi tinha sido adicionada sobre a superfície do tubo.

Exemplo 4

Um tubo de aço de textura grossa de aço limpo foi posto sobre a

faixa de transporte de rolagem. A superfície do tubo foi umedecida pulverizando-a com solução de silano orgânico-água 10% (Oxsilan MM-0705, disponível da Chemetall). A superfície do aço foi então aquecida para até 160°C e a superfície foi seca. A espessura da camada então obtida era 10 micrometros.

Então, uma camada de polietileno de adesão foi extrudada lateral a 200°C. O polietileno usado era uma composição de polietileno enxertada com anidrido maléico de densidade média ($d = 934 \text{ kg/m}^3$, MFR₂ (190°C, 2,16 kg) = 1,5 g/10 min, teor de ácido maléico: 0,5% em peso, teor de butacrilato de etileno: 6% em peso, descrito como Composição 3 nos exemplos da EP 1 316 598).

No estágio seguinte, uma camada superior de polietileno feita de um polietileno de alta densidade ($d = 953 \text{ kg/m}^3$, MFR₂ (190°C, 2,16 kg) = 0,5 g/10 min, descrita como polietileno No. 3 nos exemplos da EP 837 915) foi extrudada lateral na camada de adesão em uma temperatura de 220°C e o tubo revestido foi esfriado em banho de esfriamento de água.

Exemplo 5 (Comparativo)

Revestimento foi realizado como no Exemplo 4 com exceção que nenhum tratamento da superfície de aço com uma solução de silano orgânico foi aplicada.

3. Resultados do teste de resistência a descascamento para os tubos revestidos dos Exemplos 1 a 5 são dados na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1:

	Resistência a descascamento, N/cm at			
	23°C	80°C	110°C	140°C
Exemplo 1 (Comparativo)	441	202	82	-
Exemplo 2	442	174	117	45
Exemplo 3 (Comparativo)	71	41	-	-
Exemplo 4	220	70		
Exemplo 5 (Comparativo)	70	30		

Como pode ser visto a partir dos resultados dados na Tabela 1, pré-tratamento da superfície de aço do tubo com o silano orgânico deu os mesmos resultados de adesão em temperaturas menores e resultados de adesão ainda melhores em temperatura maior no sistema de revestimento de propileno do que revestimento com epóxi sozinho, e adesão muito melhor do que sem qualquer tratamento/camada epóxi (vide Exemplos Comparativo 1, 3 e Exemplo 2).

Ainda, uso do tratamento com organo silano deu também aperfeiçoamento claro em adesão a um revestimento de polietileno (Exemplo 4 e Exemplo Comparativo 5).

REIVINDICAÇÕES

1. Estrutura compreendendo:

(i) uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material, e

(ii) uma camada ou perfil de poliolefina (B) adjacente à camada

5 ou perfil (A) que é composto de uma composição compreendendo uma resina de base compreendendo uma poliolefina,

caracterizada pelo fato de que a superfície de qualquer um ou ambos a camada ou perfil (A) e camada ou perfil (B) foi tratada com uma composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazi-

10 dos adjacentes um ao outro.

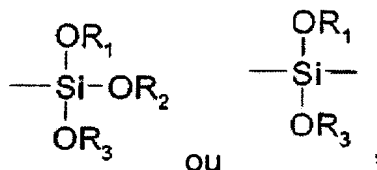
2. Estrutura de acordo com a reivindicação 1, em que a camada ou perfil (A) é composto de uma composição de polímero, vidro, metal ou liga de metal.

3. Estrutura de acordo com a reivindicação 2, em que a camada
15 ou perfil (A) é composto de um metal ou uma liga de metal.

4. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a superfície da camada ou perfil (A) foi tratada com a dita composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

20 5. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que o composto organossilício compreende um ou mais grupos hidrolisáveis que após hidrólise produzem grupos silanol.

6. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que o composto organossilício compreende o elemento estrutural:
25



em que R_1 , R_2 e R_3 independentemente são selecionados de grupos alquila e grupos acetila.

7. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que o tratamento da superfície de camada ou perfil (A) e/ou

camada ou perfil (B) compreende aplicação de uma solução do composto organossilício à superfície.

8. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a poliolefina da composição da camada ou perfil (B) é composta de grupos de promoção de adesão.

9. Estrutura de acordo com a reivindicação 8, em que os grupos de promoção de adesão são grupos polares.

10. Estrutura de acordo com a reivindicação 9, em que os grupos polares na poliolefina são selecionados de acrilatos, ácidos carboxílicos e aminas.

11. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 10, em que a quantidade de grupos de promoção de adesão na poliolefina é de a partir de 0,01 a 5,0% em mol.

12. Estrutura de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a poliolefina da resina de base da composição da camada ou perfil (B) é composta de um homo- ou copolímero de etileno ou um homo- ou copolímero de propileno.

13. Processo para a produção de uma estrutura caracterizada pelo fato de que a superfície de uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material e/ou a superfície de uma camada ou perfil de poliolefina (B) composto de uma composição compreendendo uma poliolefina é/são tratadas com uma composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

14. Artigo caracterizado pelo fato de que ele compreende uma estrutura como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 12.

15. Artigo de acordo com a reivindicação 14, em que o artigo é um tubo revestido.

16. Tubo revestido de acordo com a reivindicação 15, em que a camada/perfil (A) da estrutura multicamada é composto de aço e sua superfície exterior foi tratada com a dita composição compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazidos adjacentes um ao outro.

17. Uso de uma composição compreendendo um composto or-

ganossilício como um promotor de adesão em uma estrutura compreendendo uma camada/perfil (B) composto de uma composição compreendendo uma poliolefina.

RESUMO

Patente de Invenção: **"ESTRUTURA COMPREENDENDO CAMADA OU PERFIL DE POLIOLEFINA COM ADESÃO AUMENTADA"**.

A presente invenção refere-se a uma estrutura compreendendo

5

(i) uma camada ou perfil (A) composto de um primeiro material, e

(ii) uma camada ou perfil de poliolefina (B) adjacente à camada

ou ao perfil (A) que é composto de uma composição compreendendo uma resina de base compreendendo uma poliolefina,

caracterizada pelo fato de que a superfície de qualquer um ou ambos a ca-

10

mada ou perfil (A) e camada ou perfil (B) foi tratada com uma composição

compreendendo um composto organossilício antes de (A) e (B) serem trazi-

dos adjacentes um ao outro, a um processo para a produção de tal estrutura,

a um artigo, em particular um tubo revestido, compreendendo tal estrutura e

ao uso de uma composição compreendendo um composto organossilício

- 15

como um promotor de adesão em tal estrutura.