



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

**(11) BR 112015026112-4 B1**



**(22) Data do Depósito: 14/04/2014**

**(45) Data de Concessão: 21/07/2020**

**(54) Título:** ARTIGOS DE ESPUMA TERMOFORMADOS

**(51) Int.Cl.:** C08J 9/00; C08J 9/14; C08J 9/36.

**(30) Prioridade Unionista:** 10/07/2013 EP 13175832.8; 16/04/2013 US 61/812,482.

**(73) Titular(es):** SOLVAY SPECIALTY POLYMERS USA, LLC.

**(72) Inventor(es):** NIRUPAMA KENKARE; KERMIT S. KWAN; MOHAMMAD JAMAL EL-HIBRI.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2014057494 de 14/04/2014

**(87) Publicação PCT:** WO 2014/170255 de 23/10/2014

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 14/10/2015

**(57) Resumo:** 1/1 RESUMO "ARTIGOS DE ESPUMA TERMOFORMADOS" Método para fabricação de um artigo de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformado que compreende seguir os seguintes três passos: Passo 1. preparação de uma composição espumável de polieterimida (PEI)/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) [composição (FP)], em que a referida composição (FP) compreende PEI em uma quantidade variando de 0,1 % por peso (% p.) a 99,9 % p., com base no peso total da PEI e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2), Passo 2. formação de espuma da composição (FP) para originar um material de (PEI) /poli(éter sulfona de bifenila) espumado [material de espuma (P)], e Passo 3. moldagem do referido material de espuma (P) sob o efeito de calor e pressão para proporcionar um artigo espumado termoformado.

## "ARTIGOS DE ESPUMA TERMOFORMADOS"

**[0001]** Este pedido reivindica prioridade em relação ao pedido provisório dos E.U.A. No. 61/812482 depositado a 16 de abril de 2013 e em relação ao pedido europeu No. 13175832.8 depositado a 9 de julho de 2013, estando o conteúdo inteiro de cada um destes pedidos incorporado aqui por referência para todos os propósitos.

### ÁREA DA INVENÇÃO

**[0002]** A presente invenção se relaciona com um método para fabricação de um artigo de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoforado e o referido artigo feito a partir dele.

### ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

**[0003]** Em aplicações leves ao longo de múltiplos segmentos de mercado tais como transporte, eletrônicos móveis, materiais de construção, bens domésticos, bandejas de serviço de alimentos e medicamentos, os artigos têm de cumprir certos requisitos, incluindo razão resistência em relação a peso, tenacidade, estabilidade dimensional em uso, isolamento térmico, isolamento acústico, transparência a frequências de rádio, resistência a fluidos de aviação tais como fluido hidráulico, combustível, fluidos de limpeza, desinfetantes, inseticidas, adesivos, tintas, e revestimentos notavelmente elevados.

**[0004]** Em aplicações de transporte, notavelmente aeronave, é especialmente desejável maximizar a redução de peso de um modo que não comprometa as propriedades de resistência e/ou químicas de qualquer componente fabricado a partir de um material termoplástico. Uma forma de reduzir o peso de um componente de aeronave particular é fabricar o componente a partir de um material tendo uma densidade relativamente baixa. Por diminuição da densidade dos materiais usados para fabricar partes de aeronave pode ser alcançado desempenho de peso/resistência melhorado. Obviamente, qualquer redução no peso não pode vir à custa de uma redução significativa nas propriedades de resistência e/ou químicas, tais como notavelmente a sua resistência a líquidos da aeronave. As características de inflamabilidade são especialmente importantes em aplicações de aeronave e

quaisquer reduções de peso não podem resultar em características de degradação oxidativa térmica mais fracas.

**[0005]** Os artigos termoformados sofrem frequentemente de desvantagens tais como encolhimento e/ou fratura especialmente após termoformação em curvas multiaxiais de composto de partes íngremes, logo (i) aumento da densidade da parte em comparação com espuma não formada devido ao encolhimento, (ii) alternativamente, enfraquecimento do desempenho mecânico em comparação com espuma não formada, e (iii) dificuldade de alcançar e controlar as dimensões da parte.

**[0006]** Existe assim ainda uma grande necessidade de métodos para fabricação de artigos de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformados que sejam caracterizados por estabilidade dimensional em uso, baixo grau de retorno elástico e encolhimento mesmo em ângulos de partes íngremes, desempenho fidedigno em cada ponto da parte e que consigam ultrapassar todas estas desvantagens, mencionadas acima, e os artigos de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformados feitos a partir deles tendo resistência ao calor, resistência à chama, e resistência ambiental, resistência mecânica, e resistência ao impacto a baixa temperatura excelentes, e possuindo peso leve, características de isolamento térmico, características à prova de som, características à prova de vibração, resistência química, e propriedades de reciclagem excelentes.

#### SUMÁRIO DA INVENÇÃO

**[0007]** O Requerente descobriu agora surpreendentemente que pode ser formada uma espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformada que combina propriedades contraditórias tais como elevada tenacidade na aplicação e baixos retorno elástico e encolhimento após formação. Assim, a espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformada, apesar da sua resistência e rigidez, pode ser formada em circunstâncias bem controladas em formas termoformadas tridimensionais complexas.

**[0008]** A invenção diz respeito assim aum método para fabricação de um artigo de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformado que compreende seguir três passos:

**[0009]** Passo 1. preparação de uma composição espumável de polieterimida [PEI, doravante]/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) [composição (FP)], em que a referida composição (FP) compreende PEI em uma quantidade variando de 0,1 % por peso (% p.) a 99,9 % p., com base no peso total da PEI e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2)

**[0010]** Passo 2. formação de espuma da composição (FP) para originar um material de PEI/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) espumado [material de espuma (P)], e

**[0011]** Passo 3. moldagem do referido material de espuma (P) sob o efeito de calor e pressão para proporcionar um artigo espumado termoformado.

**[0012]** Outro aspeto da presente invenção está dirigido a um artigo de espuma de PEI/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) termoformado.

#### DESCRIÇÃO DETALHADA DE FORMAS DE REALIZAÇÃO

##### *Composição (FP)*

**[0013]** Como referido, a composição (FP) preparada no primeiro passo do método da presente invenção compreende a PEI em um quantidade acima de 5 % p., preferencialmente acima de 10 % p.; mais preferencialmente acima de 20 % p.; mais preferencialmente acima de 30 % p. e ainda mais preferencialmente acima de 40 % p., com base no peso total da polieterimida e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2). Por outro lado, o peso da PEI, com base no peso total da PEI e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2), é vantajosamente abaixo de 95 %, preferencialmente abaixo de 90 %, mais preferencialmente abaixo de 85 % e ainda mais preferencialmente abaixo de 80 %.

**[0014]** O peso do total da PEI e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2), com base no peso total da composição (FP), é vantajosamente acima de 50 %, preferencialmente acima de 80 %; mais preferencialmente acima de 90 %; mais preferencialmente acima de 95 % e mais preferencialmente acima de 99 %.

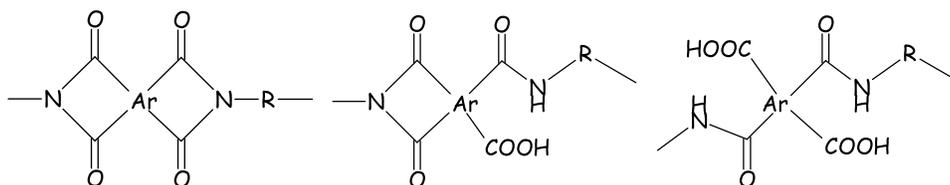
**[0015]** No resto do texto, as expressões "PEI" e "poli(éter sulfona de bifenila) (P2)" são entendidas, para os propósitos da invenção, tanto no plural como no singular, isto é, a composição (FP), material de espuma (P) e o artigo de espuma termoformado podem compreender uma ou mais do que uma PEI e uma ou mais do que uma poli(éter sulfona de bifenila).

**[0016]** Para o propósito da presente invenção, uma polieterimida se destina a denotar qualquer polímero do qual mais do que 50 % p. das unidades recorrentes (R1) compreendem pelo menos um anel aromático, pelo menos um grupo imida, como tal e/ou na sua forma de ácido âmico, e pelo menos um grupo éter [unidades recorrentes (R1a)].

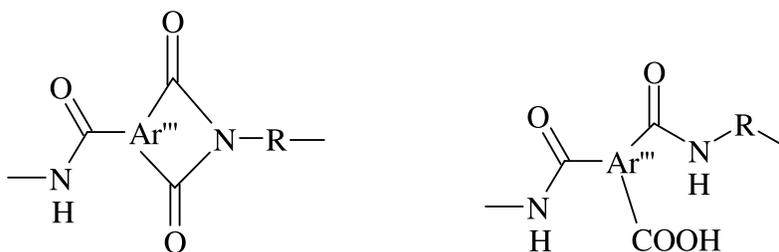
**[0017]** As unidades recorrentes (R1a) podem opcionalmente compreender adicionalmente pelo menos um grupo amida que não está incluído na forma de ácido âmico de um grupo imida.

**[0018]** As unidades recorrentes (R1) são vantajosamente selecionadas do grupo consistindo nas seguintes fórmulas (I), (II), (III), (IV) e (V), e suas misturas:

(R1a-1)



fórmula (I) fórmula (II) fórmula (III);



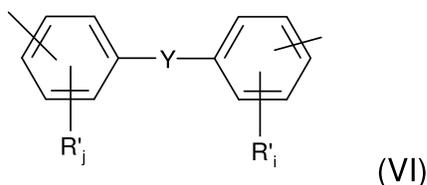
(IV) (V)

em que

- Ar é uma fração aromática tetravalente e é selecionado do grupo consistindo em um grupo monocíclico e policíclico saturado,

insaturado ou aromático, substituído ou não substituído tendo 5 a 50 átomos de carbono;

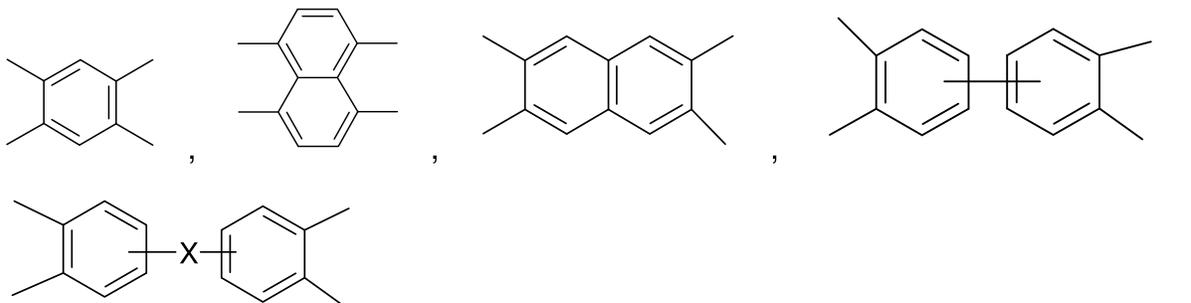
- Ar''' é uma fração aromática trivalente e é selecionado do grupo consistindo em um grupo monocíclico e policíclico saturado, insaturado ou aromático, substituído ou não substituído tendo 5 a 50 átomos de carbono e
- R é selecionado do grupo consistindo em radicais orgânicos divalentes substituídos ou não substituídos, e mais particularmente consistindo em (a) radicais de hidrocarbonetos aromáticos tendo 6 a 20 átomos de carbono e seus derivados halogenados; (b) radicais de alquilenos de cadeia linear ou ramificada tendo 2 a 20 átomos de carbono; (c) radicais de cicloalquilenos tendo 3 a 20 átomos de carbono, e (d) radicais divalentes da fórmula geral (VI):



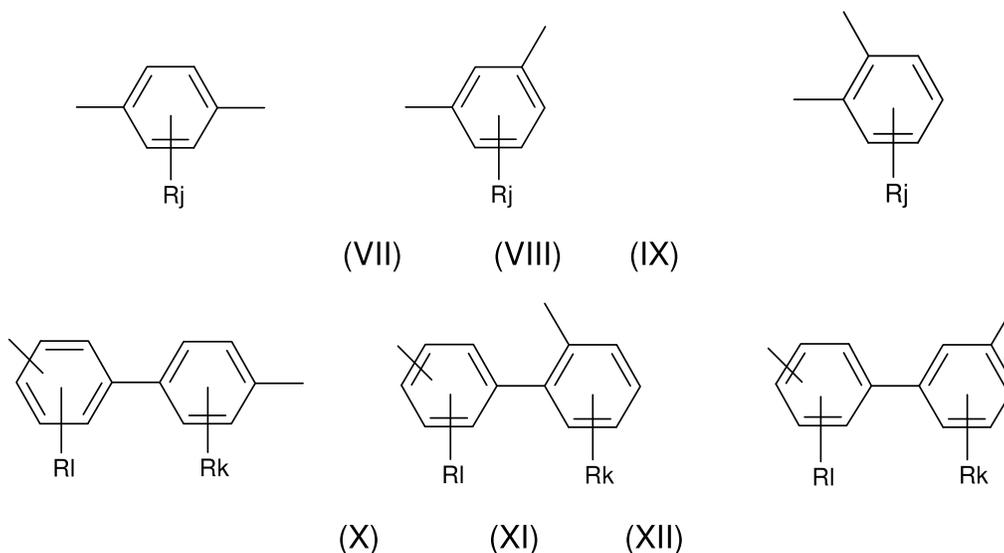
em que Y é selecionado do grupo consistindo em alquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2$  e  $-\text{C}_n \text{H}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro 1 de 6); perfluoroalquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CF}_3)_2$  e  $-\text{C}_n \text{F}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro 1 de 6); cicloalquilenos de 4 a 8 átomos de carbono; alquilidenos de 1 a 6 átomos de carbono; cicloalquilidenos de 4 a 8 átomos de carbono;  $-\text{O}-$ ;  $-\text{S}-$ ;  $-\text{C}(\text{O})-$ ;  $-\text{SO}_2-$ ;  $-\text{SO}-$ , e R' é selecionado do grupo consistindo em: hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e i e j, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4.

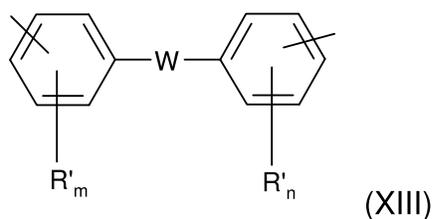
**[0019]** contanto que pelo menos um de Ar, Ar''' e R compreenda pelo menos um grupo éter.

**[0020]** Preferencialmente, Ar é selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:



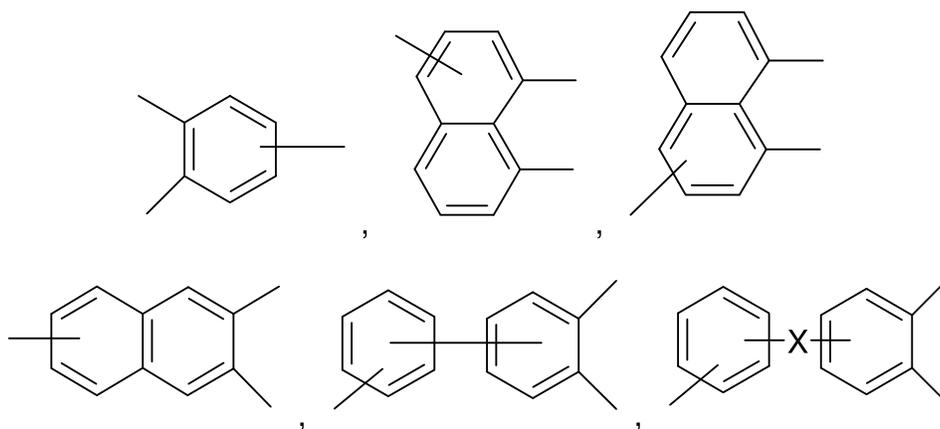
em que X é uma fração divalente, tendo ligações divalentes nas posições 3,3', 3,4', 4,3" ou 4,4', e é selecionado do grupo consistindo em alquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2$  e  $-\text{C}_n \text{H}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro de 1 a 6); perfluoroalquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CF}_3)_2$  e  $-\text{C}_n \text{F}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro de 1 a 6); cicloalquilenos de 4 a 8 átomos de carbono; alquilidenos de 1 a 6 átomos de carbono; cicloalquilidenos de 4 a 8 átomos de carbono;  $-\text{O}-$ ;  $-\text{S}-$ ;  $-\text{C}(\text{O})-$ ;  $-\text{SO}_2-$ ;  $-\text{SO}-$ , ou X é um grupo da fórmula  $\text{O}-\text{Ar}''-\text{O}$ ; e em que  $\text{Ar}''$  é selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas (VII) a (XIII), e suas misturas:





em que R e R', iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente selecionados do grupo consistindo em: hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e j, k, l, n e m, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4, e W é selecionado do grupo consistindo em alquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-C(CH_3)_2$  e  $-C_nH_{2n}-$  (com n sendo um número inteiro de 1 a 6); perfluoroalquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-C(CF_3)_2$  e  $-C_nF_{2n}-$  (com n sendo um número inteiro de 1 a 6); cicloalquilenos de 4 a 8 átomos de carbono; alquilidenos de 1 a 6 átomos de carbono; cicloalquilidenos de 4 a 8 átomos de carbono;  $-O-$ ;  $-S-$ ;  $-C(O)-$ ;  $-SO_2-$ ; e  $-SO-$ .

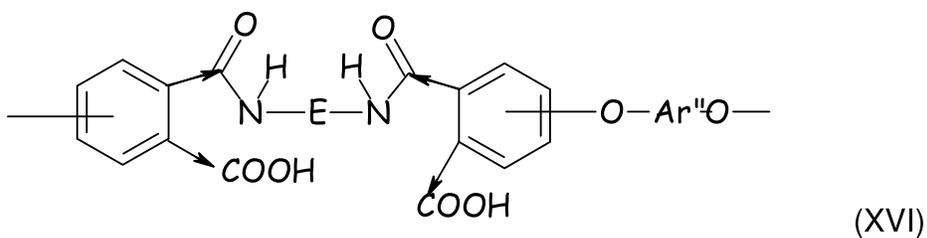
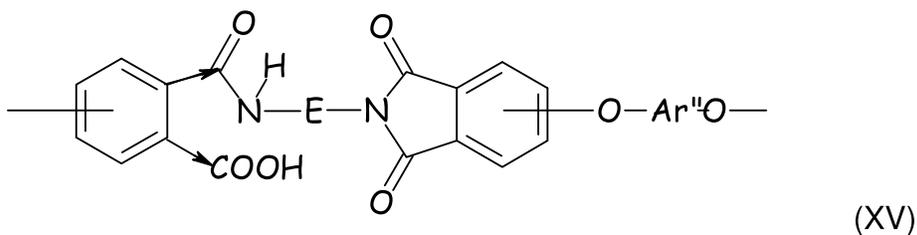
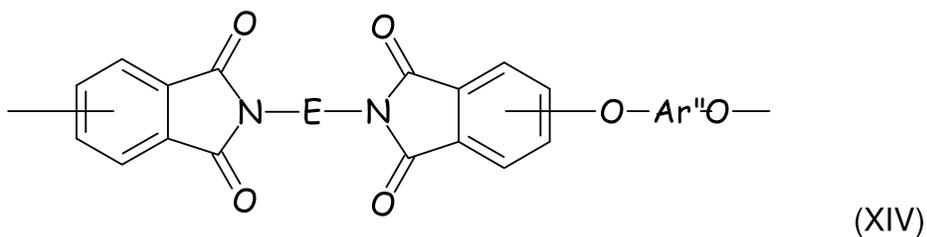
**[0021]** Preferencialmente, Ar''' é selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:



em que X tem o mesmo significado como definido acima.

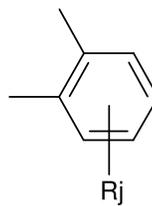
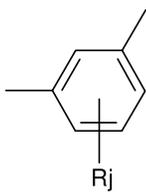
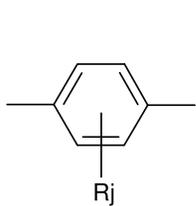
**[0022]** Em uma forma de realização específica preferencial, as unidades recorrentes (R1a) são selecionadas do grupo consistindo em unidades da fórmula

(XIV) na forma de imida, em unidades correspondentes nas formas de ácido âmico das fórmulas (XV) e (XVI), e nas suas misturas:

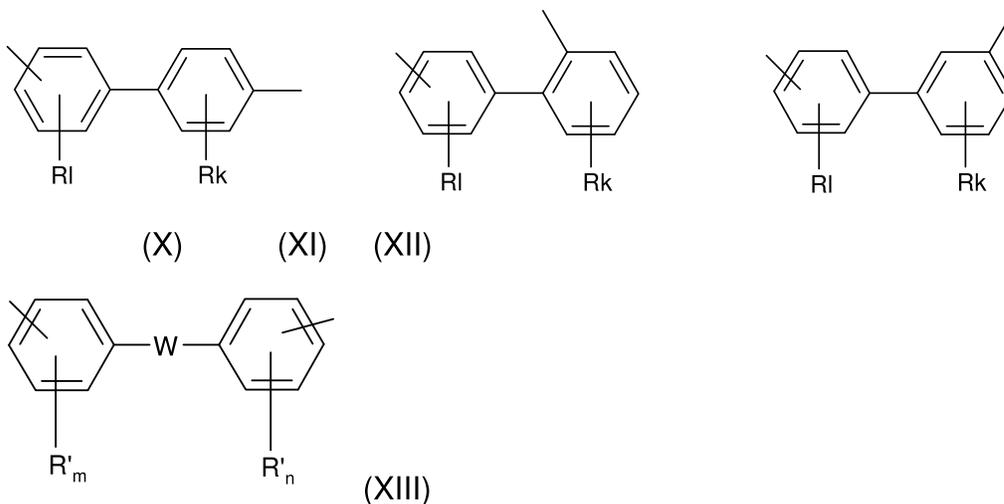


em que:

- a  $\rightarrow$  designa isomerismo tal que, em qualquer unidade recorrente, os grupos para onde a seta aponta possam existir como mostrado ou em uma posição alternada;
- Ar'' é selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas (VII) a (XIII)

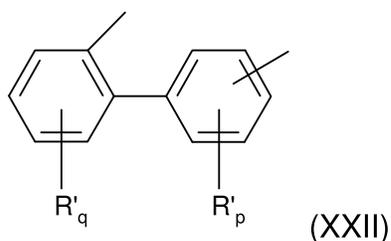
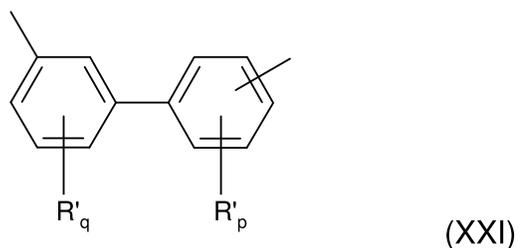
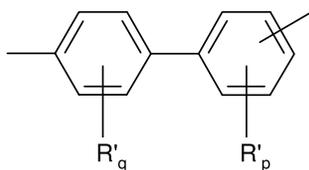
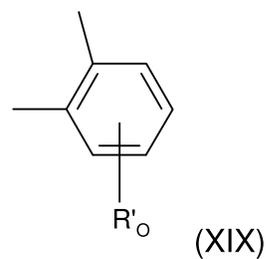
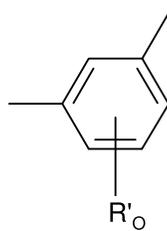
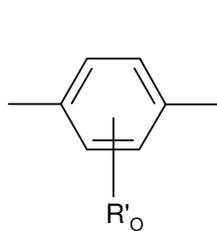


(VII) (VIII) (IX)



em que R e R', iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente selecionados do grupo consistindo em: hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e j, k, l, n e m, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4, e W é selecionado do grupo consistindo em alquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2$  e  $-\text{C}_n\text{H}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro de 1 a 6); perfluoroalquilenos de 1 a 6 átomos de carbono, em particular  $-\text{C}(\text{CF}_3)_2$  e  $-\text{C}_n\text{F}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro de 1 a 6); cicloalquilenos de 4 a 8 átomos de carbono; alquilidenos de 1 a 6 átomos de carbono; cicloalquilidenos de 4 a 8 átomos de carbono;  $-\text{O}-$ ;  $-\text{S}-$ ;  $-\text{C}(\text{O})-$ ;  $-\text{SO}_2-$ ; e  $-\text{SO}-$ ;

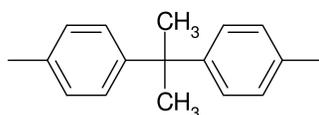
- E é selecionado do grupo consistindo em  $-\text{C}_n\text{H}_{2n}-$  (sendo n um número inteiro de 1 a 6), radicais divalentes da fórmula geral (VI), como definido acima, e aqueles obedecendo às fórmulas (XVII) a (XXII)



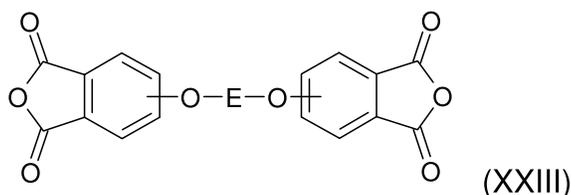
em que R' é selecionado do grupo consistindo em: hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e o, p e q, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4,

**[0023]** Preferencialmente, E é selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às fórmulas (XVII) a (XIX), como definido acima, mais preferencialmente, E é selecionado do grupo consistindo em *m*-fenileno não substituído e *p*-fenileno não substituído, e suas misturas.

**[0024]** Preferencialmente, Ar'' é da fórmula geral (XIII), como detalhado acima; mais preferencialmente, Ar'' é



**[0025]** As polieterimididas em que as unidades recorrentes (R1) são unidades recorrentes da fórmula (XIV) como tal, na forma de imida, e/ou em formas de ácido âmico [fórmulas (XV) e (XVI)], como definido acima, podem ser preparadas por qualquer um dos métodos bem conhecidos àqueles peritos na técnica incluindo a reação de quaisquer bis(éter anidrido)s aromáticos da fórmula



onde E é como definido anteriormente, com um composto de diamino da fórmula



onde Ar'' é como definido anteriormente. Em geral, as reações podem ser vantajosamente levadas a cabo empregando solventes bem conhecidos, p.ex., o-diclorobenzeno, m-cresol/tolueno, N,N-dimetilacetamida, etc., nas quais se efetua interação entre os dianidridos e diaminas, a temperaturas de cerca de 20 °C a cerca de 250 °C.

**[0026]** Alternativamente, estas polieterimididas podem ser preparadas por polimerização por fusão de quaisquer dianidridos da fórmula (XXIII) com qualquer composto de diamino da fórmula (XXIV) enquanto se aquece a mistura dos ingredientes a temperaturas elevadas com intermistura simultânea.

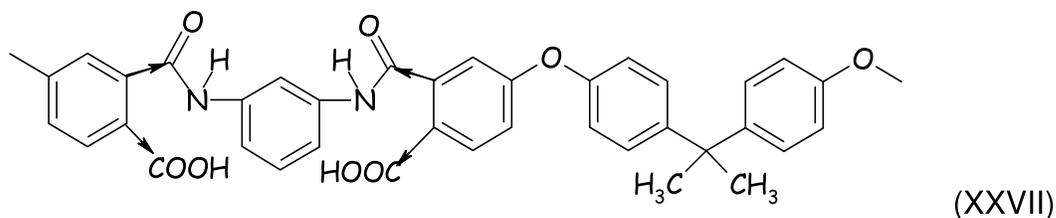
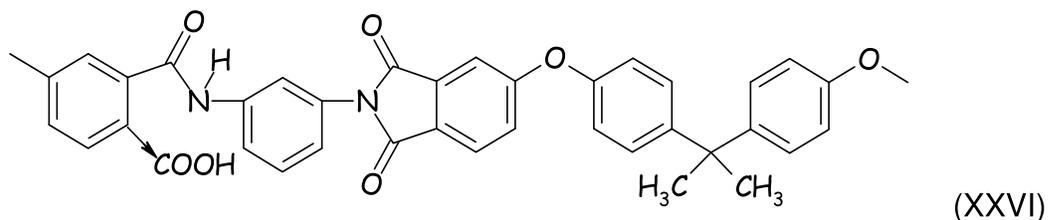
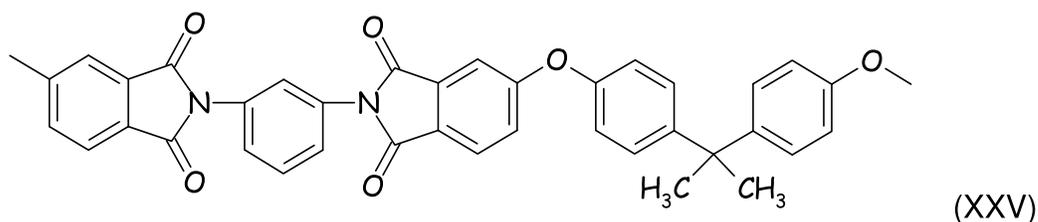
**[0027]** Os bis(éter anidrido)s aromáticos da fórmula (XXIII) incluem, por exemplo: dianidrido de 2,2-bis[4-(2,3-dicarboxifenoxi)fenil]propano; éter dianidrido de 4,4'-bis(2,3-dicarboxifenoxi)difenila; dianidrido de 1,3-bis(2,3-dicarboxifenoxi)benzeno; sulfito dianidrido de 4,4'-bis(2,3-dicarboxifenoxi)difenila; dianidrido de 1,4-bis(2,3-dicarboxifenoxi)benzeno; dianidrido de 4,4'-bis(2,3-dicarboxifenoxi)benzofenona; sulfona dianidrido de 4,4'-bis(2,3-dicarboxifenoxi)difenila; dianidrido de 2,2-bis[4 (3,4-dicarboxifenoxi)fenil]propano; éter dianidrido de 4,4'-bis(3,4-dicarboxifenoxi)difenila; sulfito dianidrido de 4,4'-bis(3,4-dicarboxifenoxi)difenila; dianidrido de 1,3-bis(3,4-dicarboxifenoxi)benzeno; dianidrido de 1,4-bis(3,4-dicarboxifenoxi)benzeno;

dianidrido de 4,4'-bis(3,4-dicarboxifenoxi)benzofenona; dianidrido de 4-(2,3-dicarboxifenoxi)-4'-(3,4-dicarboxifenoxi)difenil-2,2-propano; etc. e misturas de tais dianidridos.

**[0028]** As diaminas orgânicas da fórmula (XX) incluem, por exemplo, *m*-fenilenodiamina, *p*-fenilenodiamina, 2,2-bis(*p*-aminofenil)propano, 4,4'-diaminodifenilmetano, sulfito de 4,4'-diaminodifenila, sulfona de 4,4'-diaminodifenila, éter de 4,4'-diaminodifenila, 1,5-diaminonaftaleno, 3,3'-dimetolbenzidina, 3,3'-dimetoxibenzidina, e suas misturas.

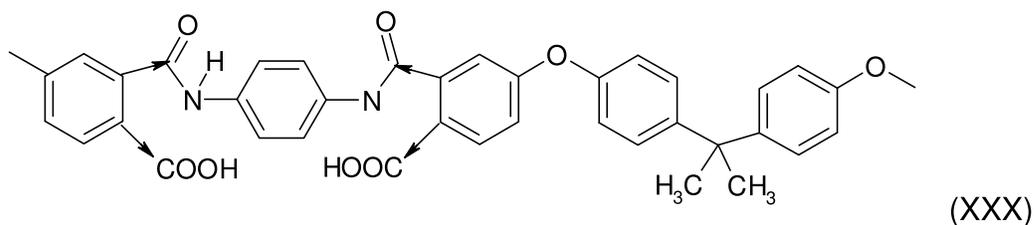
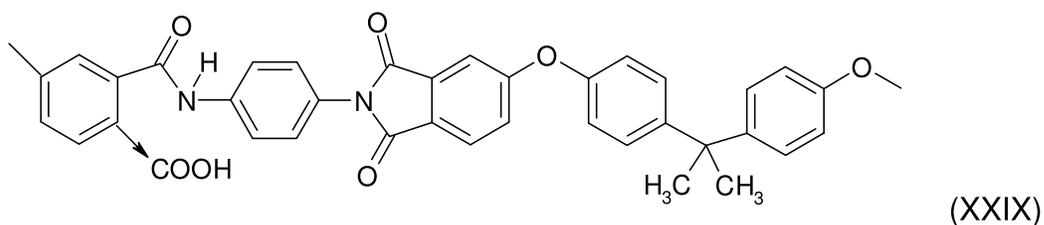
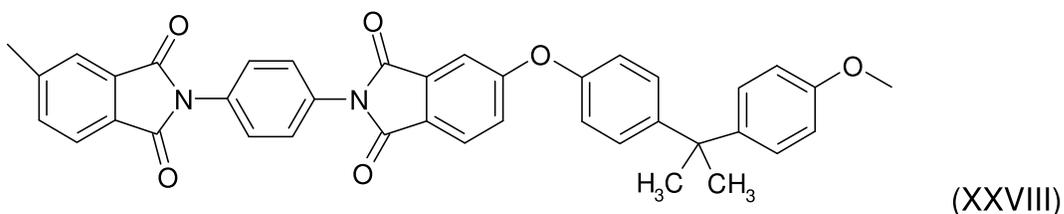
**[0029]** Em uma forma de realização preferencial, as diaminas orgânicas da fórmula (XX) são escolhidas de um grupo selecionado de *m*-fenilenodiamina e *p*-fenilenodiamina e sua mistura.

**[0030]** Em uma forma de realização o mais preferencial, as unidades recorrentes (R1a) são unidades recorrentes selecionadas do grupo consistindo naqueles da fórmula (XXV) na forma de imida, suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXVI) e (XXVII), e suas misturas:



em que, nas fórmulas (XXVI) e (XXVII), a  $\rightarrow$  designa isomerismo tal que, em qualquer unidade recorrente, os grupos para onde a seta aponta possam existir como mostrado ou em uma posição alternada.

**[0031]** Em outra forma de realização o mais preferencial, as unidades recorrentes (R1a-4) são unidades recorrentes selecionadas do grupo consistindo naqueles da fórmula (XXVIII) na forma de imida, suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXIX) e (XXX), e suas misturas:



em que, nas fórmulas (XXIX) e (XXX), a  $\rightarrow$  designa isomerismo tal que, em qualquer unidade recorrente, os grupos para onde a seta aponta possam existir como mostrado ou em uma posição alternada.

**[0032]** Preferencialmente, mais do que 75 % p. e mais preferencialmente mais do que 90 % p. das unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes (R1). Ainda mais preferencialmente, essencialmente todas, se não todas, as unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes (R1).

**[0033]** Em uma forma de realização preferencial da presente invenção, mais do que 75 % p., mais preferencialmente mais do que 90 % p., mais preferencialmente mais do que 99 % p., ainda mais preferencialmente todas as unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes selecionadas do grupo consistindo naquelas na forma de imida da fórmula (XXV), suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXVI) e (XXVII), e suas misturas.

**[0034]** Em outra forma de realização preferencial da presente invenção, mais do que 75 % p., mais preferencialmente mais do que 90 % p., mais preferencialmente mais do que 99 % p., ainda mais preferencialmente todas as unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes selecionadas do grupo consistindo naquelas na forma de imida da fórmula (XXVIII), suas correspondentes formas de ácido ámico das fórmulas (XXIX) e (XXX), e suas misturas.

**[0035]** Tais poliimididas aromáticas estão notavelmente comercialmente disponíveis da Sabc Innovative Plastics como polieterimididas ULTEM<sup>®</sup>.

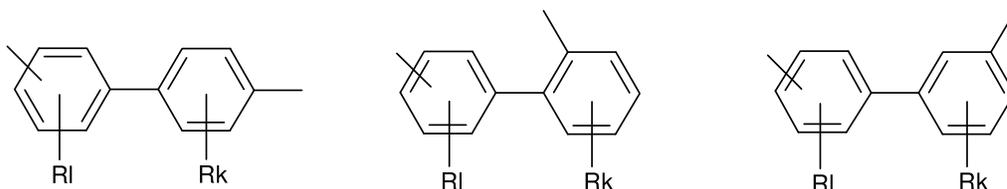
**[0036]** As composições podem compreender uma e somente uma PEI. Alternativamente podem compreender duas, três, ou mesmo mais do que três PEI.

**[0037]** Geralmente, os polímeros de PEI úteis na presente invenção têm um índice de fusão de 0,1 a 10 gramas por minuto (g/min), como medido de acordo com ASTM D1238 a 295 °C, usando um peso de 6,6 quilogramas (kg).

**[0038]** Em uma forma de realização específica, o polímero de PEI tem um peso molecular médio em peso (Mw) de 10.000 a 150.000 gramas por mole (g/mole), como medido por cromatografia de permeação em gel, usando um padrão de poliestireno. Tais polímeros de PEI têm tipicamente uma viscosidade intrínseca maior do que 0,2 decilitros por grama (dL/g), benéficamente 0,35 a 0,7 dL/g medida em *m*-cresol a 25 °C.

**[0039]** Se descobriu que os polímeros de PEI eram particularmente adequados para as composições termoplásticas compreendidas no material de espuma da presente invenção tendo em conta o seu módulo elevado vantajoso de cerca de 450 kpsi, uma resistência térmica elevada notável, resistência dielétrica elevada, um perfil de resistência química amplo, e a sua boa processabilidade de fusão.

**[0040]** Para o propósito da presente invenção, a poli(éter sulfona de bifenila) (P2) se destina a denotar um polímero de policondensação do qual mais do que 50 % p. das unidades recorrentes são unidades recorrentes (R2) de uma ou mais fórmulas contendo pelo menos um grupo bifenileno preferencialmente selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:



em que R é selecionado do grupo consistindo em:

hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e j, k e l, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4; e

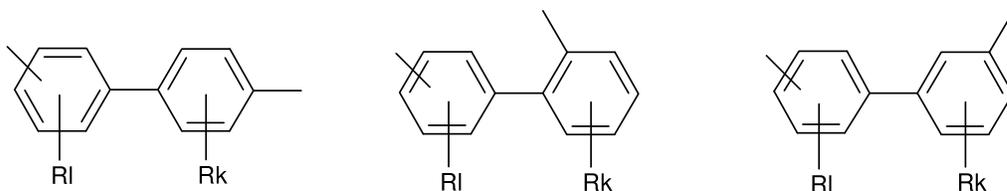
pelo menos um grupo éter (–O–) e pelo menos um grupo sulfona (–SO<sub>2</sub>–).

**[0041]** As unidades recorrentes (R2) são vantajosamente unidades recorrentes da fórmula (A) como mostrada em baixo:



em que :

- $Ar^1$ ,  $Ar^2$ ,  $Ar^3$ ,  $Ar^4$ , e  $Ar^5$ , iguais ou diferentes uns dos outros e em cada ocorrência, são independentemente um grupo mono- ou polinuclear aromático; contanto que pelo menos um  $Ar^1$  até  $Ar^5$  seja uma fração aromática contendo pelo menos um grupo bifenileno, selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:

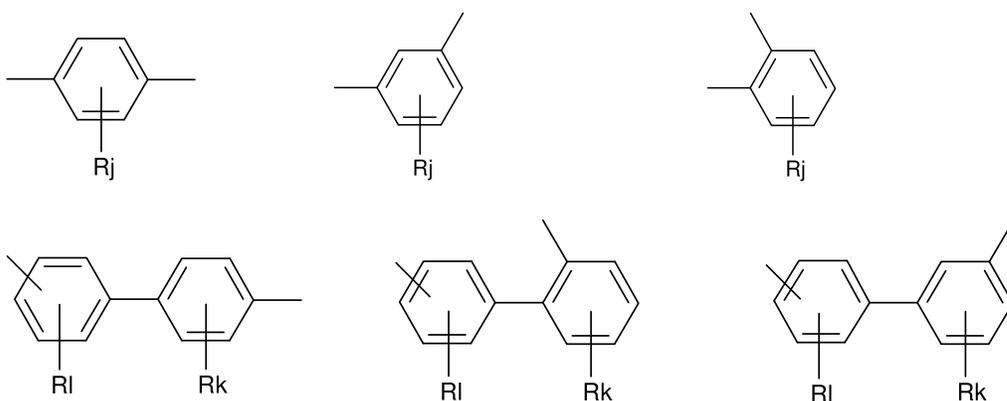


em que R é selecionado do grupo consistindo em:

hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e k e l, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4, e

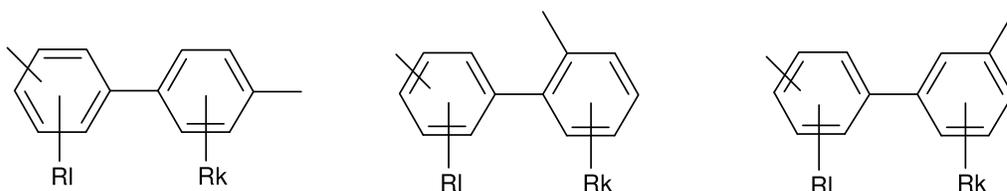
- cada um de T, igual ou diferente uns dos outros, é uma ligação ou um grupo divalente compreendendo opcionalmente um ou mais do que um heteroátomo;
- n e m, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente zero ou um número inteiro de 1 a 5;

**[0042]** Preferencialmente,  $Ar^1, Ar^2, Ar^3, Ar^4, Ar^5$  são iguais ou diferentes uns dos outros e são frações aromáticas preferencialmente selecionadas do grupo consistindo naquelas obedecendo às seguintes fórmulas:



em que R é selecionado do grupo consistindo em:

hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e j, k e l, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4, e contanto que pelo menos um  $Ar^1$  até  $Ar^5$  seja uma fração aromática contendo pelo menos um grupo bifenileno, selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:

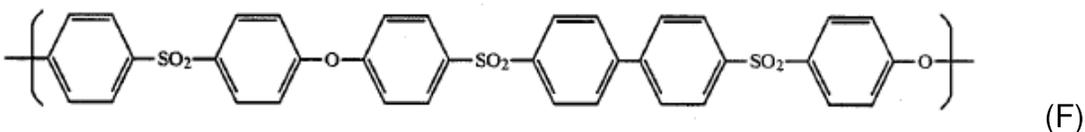
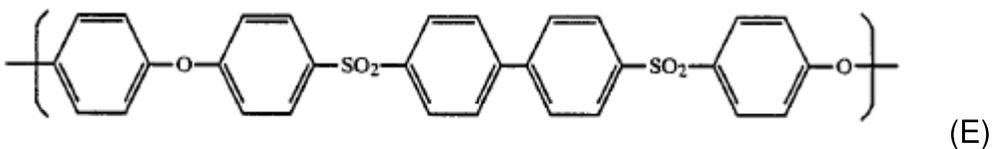
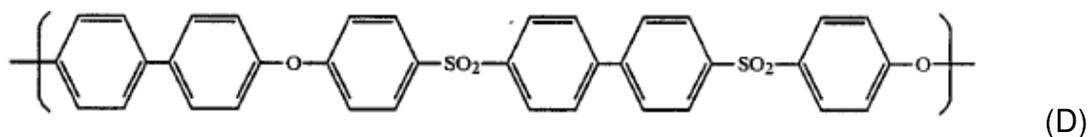
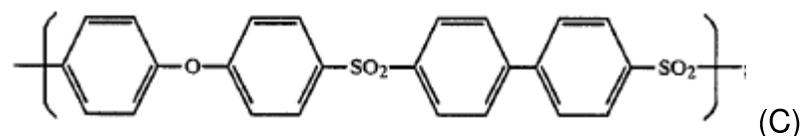
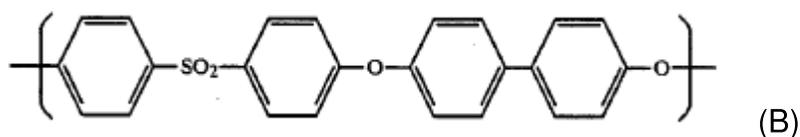


em que R é selecionado do grupo consistindo em:

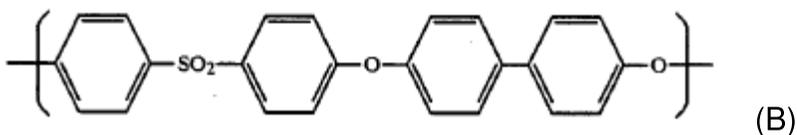
hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e k e l, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4.

**[0043]** Preferencialmente, cada um de T, igual ou diferente uns dos outros, é selecionado do grupo consistindo em uma ligação,  $-\text{CH}_2-$ ;  $-\text{O}-$ ;  $-\text{SO}_2-$ ;  $-\text{S}-$ ;  $-\text{C}(\text{O})-$ ;  $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ ;  $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$ ;  $-\text{C}(\text{=CCl}_2)-$ ;  $-\text{C}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH})-$ ;  $-\text{N}=\text{N}-$ ;  $-\text{RaC}=\text{CRb}-$ ; onde cada Ra e Rb; independentemente uns dos outros, é um hidrogênio ou um grupo alquila-C1-C12, alcoxi-C1-C12, ou arila-C6-C18;  $-(\text{CH}_2)_n-$  e  $-(\text{CF}_2)_n-$  com n = número inteiro de 1 a 6, ou um grupo divalente alifático, linear ou ramificado, de até 6 átomos de carbono; e suas misturas.

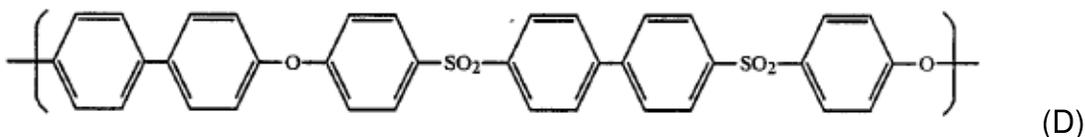
**[0044]** Mais preferencialmente, as unidades recorrentes (R2) são selecionadas do grupo consistindo nas fórmulas (B) a (F), como em baixo detalhado, e suas misturas:



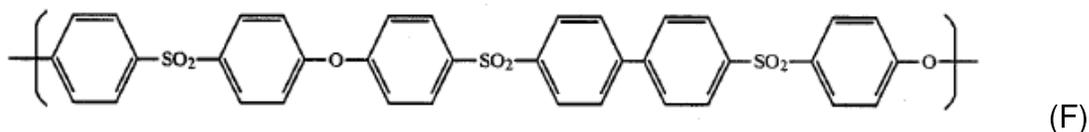
**[0045]** Ainda mais preferencialmente, as unidades recorrentes (R2) são:



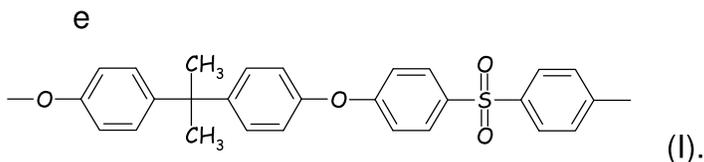
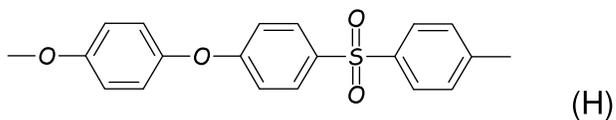
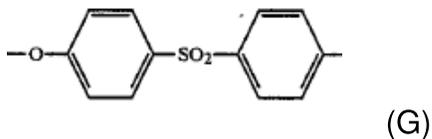
**[0046]** Em outra forma de realização preferencial, as unidades recorrentes (R2) são da fórmula (D), mostrada em baixo:



**[0047]** Ainda em outra forma de realização preferencial, as unidades recorrentes (R2) são da fórmula (F), mostrada em baixo:



**[0048]** A poli(éter sulfona de bifenila) (P2) pode ser notavelmente um homopolímero, um copolímero aleatório, alternativo ou em bloco. Quando a poli(éter sulfona de bifenila) (P2) é um copolímero, as suas unidades recorrentes podem ser notavelmente compostas por (i) unidades recorrentes (R2) de pelo menos duas fórmulas diferentes selecionadas das fórmulas (B) a (F), ou (ii) unidades recorrentes (R2) de uma ou mais fórmulas (B) a (F) e unidades recorrentes (R2\*), diferentes das unidades recorrentes (R2), tais como:



**[0049]** Preferencialmente mais do que 75 % p., preferencialmente mais do que 85 % p., preferencialmente mais do que 95 % p., preferencialmente mais do que 99

% p. das unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são unidades recorrentes (R2).

**[0050]** Ainda é geralmente preferencial que substancialmente todas as unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) sejam unidades recorrentes (R2), como detalhado acima; defeitos da cadeia, ou quantidades muito menores de outras unidades, podem estar presentes, sendo entendido que estas últimas não modificam substancialmente as propriedades de (R2).

**[0051]** A poli(éter sulfona de bifenila) (P2) é então preferencialmente uma polifenilsulfona (PPSU).

**[0052]** Para o propósito da presente invenção, um polímero de polifenilsulfona (PPSU) se destina a denotar qualquer polímero do qual mais do que 50 % p. das unidades recorrentes são unidades recorrentes (R2) da fórmula (B).

**[0053]** Em uma forma de realização preferencial da presente invenção, mais do que 75 % p., mais preferencialmente mais do que 90 % p., mais preferencialmente mais do que 99 % p., ainda mais preferencialmente todas as unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são da fórmula (B).

**[0054]** Polifenilsulfona RADEL<sup>®</sup> R da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C. é um exemplo de um homopolímero de PPSU comercialmente disponível.

**[0055]** Em outra forma de realização preferencial da presente invenção, mais do que 50 % p., mais do que 75 % p., mais preferencialmente mais do que 90 % p., mais preferencialmente mais do que 99 % p., ainda mais preferencialmente todas as unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são da fórmula (D).

**[0056]** Polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL<sup>™</sup> HTS da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C. é um exemplo de uma poli(éter sulfona de bifenila) (P2) comercialmente disponível compreendendo mais do que 50 % p. das unidades recorrentes da fórmula (D).

**[0057]** Em outra forma de realização preferencial da presente invenção, mais do que 50 % p., mais do que 75 % p., mais preferencialmente mais do que 90 % p., mais preferencialmente mais do que 99 % p., ainda mais preferencialmente todas as unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são da fórmula (F).

**[0058]** Como mencionado acima, o artigo de espuma termoformado pode compreender uma ou mais do que uma poli(éter sulfona de bifenila) [poli(éter sulfona de bifenila) (P2)].

**[0059]** Em uma forma de realização específica da presente invenção, a poli(éter sulfona de bifenila) (P2) pode ser também uma combinação composta por pelo menos duas poli(éter sulfonas de bifenila) (P2) escolhidas de um grupo consistindo em um polímero de (PPSU), como detalhado acima, e um polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS, como detalhado acima.

**[0060]** Em esta forma de realização específica, o polímero de (PPSU) está geralmente presente em uma quantidade de pelo menos 5 % p., preferencialmente de pelo menos 10 % p., mais preferencialmente de pelo menos 20 % p., mais preferencialmente de pelo menos 30 % p., mais preferencialmente de pelo menos 40 % p., com base no peso total do polímero de (PPSU) e polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS. É adicionalmente entendido que a percentagem por peso do polímero de (PPSU) será geralmente de no máximo 95 % p., mais preferencialmente de no máximo 90 % p., mais preferencialmente de no máximo 80 % p., mais preferencialmente de no máximo 70 % p., mais preferencialmente de no máximo 60 % p., com base no peso total do polímero de (PPSU) e polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS.

**[0061]** Foram obtidos bons resultados quando o polímero de (PPSU) está presente em uma quantidade de 40-60 % p. com base no peso total do polímero de (PPSU) e polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS. Foram obtidos excelentes resultados quando o polímero de (PPSU) está presente em uma quantidade de 50 % p. com base no peso total do polímero de (PPSU) e polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS.

**[0062]** A poli(éter sulfona de bifenila) (P2) pode ser preparada por qualquer método. O peso molecular da poli(éter sulfona de bifenila) (P2), quando determinado como viscosidade reduzida em um solvente apropriado tal como cloreto de metileno, clorofórmio, N-metilpirrolidona, ou similares, pode ser maior do que ou igual a 0,3

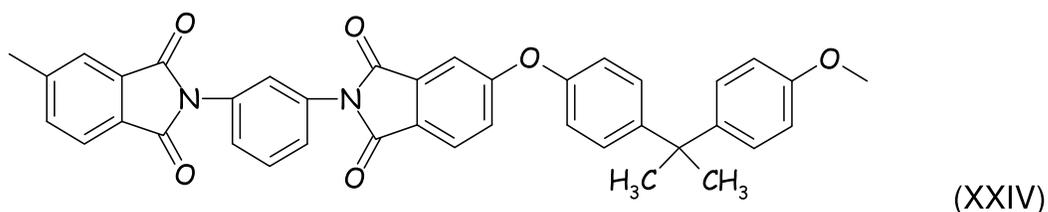
dL/g, ou, mais especificamente, maior do que ou igual a 0,4 dL/g e, tipicamente, não excederá 1,5 dL/g.

**[0063]** O peso molecular médio em peso da poli(éter sulfona de bifênila) (P2) pode ser 10.000 a 100.000 gramas por mole (g/mol) como determinado por cromatografia de permeação em gel seguindo padrão ASTM D5296, usando curva de calibração de poliestireno. Em algumas formas de realização, o peso molecular médio em peso da poli(éter sulfona de bifênila) (P2) pode ser 20.000 a 70.000 gramas por mole (g/mol).

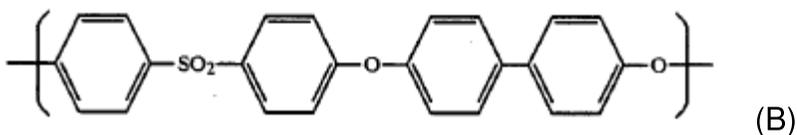
**[0064]** A poli(éter sulfona de bifênila) (P2) pode ter temperaturas de transição vítrea de 180 a 250 °C, quando determinadas de acordo com ASTM D 3418.

**[0065]** Se descobriu que os polímeros de poli(éter sulfona de bifênila) (P2) eram particularmente adequados no método para fabricação do artigo de espuma termoformado da presente invenção devido às suas tenacidade e força de impacto elevadas vantajosas, resistência ao impacto elevada, resistência química elevada, estabilidade hidrolítica excepcional, e resistência à chama inerente muito boa.

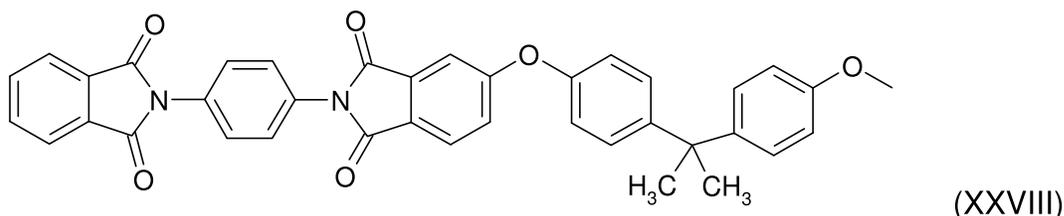
**[0066]** Em uma forma de realização preferencial da presente invenção, o material de espuma feito a partir de uma composição [composição (FP)] compreendendo uma polieterimida (PEI), em que mais do que 75 % p. das unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes (R1) selecionadas do grupo consistindo naquelas da fórmula (XXV) na forma de imida, correspondentes formas de ácido amíco das fórmulas (XXVI) e (XXVII), e suas misturas:



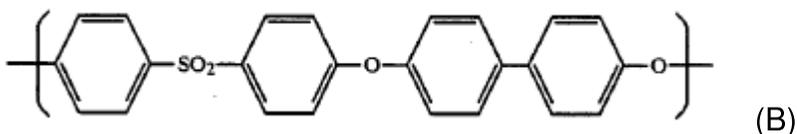
e uma poli(éter sulfona de bifênila) (P2), em que mais do que 75 % p. das unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifênila) (P2) são unidades recorrentes (R2) da fórmula (B)



**[0067]** Em outra forma de realização preferencial da presente invenção, o material de espuma feito a partir de uma composição [composição (FP)] compreendendo uma polieterimida (PEI), em que mais do que 75 % p. das unidades recorrentes da PEI são unidades recorrentes (R1) selecionadas do grupo consistindo naquelas na forma de imida da fórmula (XXVIII), suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXIX) e (XXX), e suas misturas:



e uma poli(éter sulfona de bifenila) (P2), em que mais do que 75 % p. das unidades recorrentes da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são unidades recorrentes (R2) da fórmula (B)



**[0068]** De acordo com uma forma de realização da presente invenção, a composição (FP) preparada no primeiro passo do método da invenção pode adicionalmente conter um ou mais ingredientes sem ser a polieterimida (PEI) e a poli(éter sulfona de bifenila) (P2).

**[0069]** A composição (FP) pode adicionalmente conter ingredientes convencionais tais como, notavelmente, absorventes de UV; estabilizantes tais como estabilizantes da luz e outros; lubrificantes; plastificantes; pigmentos; tintas; corantes; agentes antiestáticos; agentes de nucleação; agentes de formação de espuma; agentes de sopro; desativadores de metal; retardadores de chama e combinações compreendendo um ou mais dos aditivos acima mencionados. Os antioxidantes podem ser compostos tais como fosfitos, fosforatos, fenóis impedidos

ou suas misturas. Podem ser também adicionados tensioativos para ajudar a nuclear bolhas e estabilizar as mesmas durante a fase de crescimento das bolhas do processo de formação de espuma.

**[0070]** O peso dos referidos ingredientes convencionais, com base no peso total da composição de polímero (FP), varia vantajosamente de 0 a 15 %, preferencialmente de 0 a 10 % e mais preferencialmente de 0 a 5 %.

**[0071]** Se desejado, a composição (FP) não compreende outros componentes de polímero orgânico sem ser a PEI, como definido em baixo e a poli(éter sulfona de bifenila) (P2), como definido em baixo.

**[0072]** Para o propósito da presente invenção, a expressão "componentes de polímero orgânico" se refere a compostos caracterizados por unidades ligadas repetidas, tendo tipicamente um peso molecular de 2000 ou mais e as referidas unidades ligadas repetidas têm principalmente átomos de carbono, mas podem também incluir heteroátomos, tais como notavelmente oxigênio, enxofre ou nitrogênio.

**[0073]** Em uma forma de realização específica da presente invenção, a composição (FP) compreende mais do que 85 % p. da polieterimida e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2) contanto que a polieterimida e a poli(éter sulfona de bifenila) (P2) sejam os únicos componentes polímeros orgânicos na composição (FP) e o restante para perfazer 100 % por peso seja um ou mais ingredientes opcionais tais como aditivos; estabilizantes; lubrificantes; plastificantes; pigmentos; tintas; corantes; agentes antiestáticos; agentes de nucleação; agentes de formação de espuma; agentes de sopro; desativadores de metal; antioxidantes e tensioativos podem estar presentes nela, sem estes componentes afetando dramaticamente propriedades mecânicas e de tenacidade relevantes da composição (FP).

**[0074]** Se desejado, a composição (FP) compreende mais do que 85 % p. da polieterimida e uma combinação composta por pelo menos duas poli(éter sulfonas de bifenila) (P2) escolhidas de um grupo consistindo em um polímero de (PPSU), como detalhado acima, e um polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS, como detalhado acima, contanto que a polieterimida e a

combinação composta por pelo menos duas poli(éter sulfonas de bifenila) (P2) escolhidas de um grupo consistindo em um polímero de (PPSU), como detalhado acima, e um polímero de sulfona de elevada temperatura SUPRADEL™ HTS, como detalhado acima, sejam os únicos componentes polímeros orgânicos na composição (FP) e o restante para perfazer 100 % por peso seja um ou mais ingredientes opcionais tais como aditivos; estabilizantes; lubrificantes; plastificantes; pigmentos; tintas; corantes; agentes antiestáticos; agentes de nucleação; agentes de formação de espuma; agentes de sopro; desativadores de metal; antioxidantes e tensioativos podem estar presentes nela, sem estes componentes afetando dramaticamente propriedades mecânicas e de tenacidade relevantes da composição (FP).

**[0075]** Se desejado, a composição (FP) compreende mais do que 85 % p. da polieterimida e do polímero de (PPSU) contanto que a polieterimida e o polímero de (PPSU) sejam os únicos componentes polímeros orgânicos na composição (FP) e o restante para perfazer 100 % por peso seja um ou mais ingredientes opcionais tais como aditivos; estabilizantes; lubrificantes; plastificantes; pigmentos; tintas; corantes; agentes antiestáticos; agentes de nucleação; agentes de formação de espuma; agentes de sopro; desativadores de metal; antioxidantes e tensioativos podem estar presentes nela, sem estes componentes afetando dramaticamente propriedades mecânicas e de tenacidade relevantes da composição (FP).

**[0076]** No Passo 1. do método da invenção, um agente de nucleação, ou combinações de agentes de nucleação, pode ser vantajosamente adicionado à composição (FP).

**[0077]** Em geral, o agente de nucleação ajuda a controlar a estrutura do material de espuma (P), formado no passo 2 do método da invenção, proporcionando um local para formação de bolhas, e, quanto maior o número de locais, maior o número de bolhas e menos denso pode ser o produto final, dependendo das condições de processamento.

**[0078]** Agentes de nucleação adequados que podem ser usados na presente invenção incluem, mas não estão limitados a, óxidos metálicos tais como dióxido de titânio, argilas, talco, silicatos, sílica, aluminatos, baritas, titanatos, boratos, nitretos,

notavelmente nitreto de boro, e mesmo alguns metais não reativos, finamente divididos, materiais à base de carbono (tais como diamantes, negro de carbono, nanotubos e grafenos) ou combinações incluindo pelo menos um dos agentes acima mencionados. Em formas de realização alternativas, silicone e qualquer material orgânico reticulado que seja rígido e insolúvel à temperatura de processamento podem também funcionar como agentes de nucleação.

**[0079]** Em formas de realização alternativas podem ser usados outros enchimentos contanto que tenham o mesmo efeito que um agente de nucleação em termos de proporcionarem um local para formação de bolhas. Isto inclui enchimentos fibrosos tais como fibras de aramida, fibras de carbono, fibras de vidro, fibras minerais, ou combinações incluindo pelo menos uma das fibras acima mencionadas. Alguns nanoenchimentos e nanorreforços podem ser usados como agentes de nucleação. Estes incluem tais materiais como nanossilicatos, nanoargilas, nanofibras de carbono e nanotubos de carbono bem como grafenos e nanoplaquetas gráficas de multicamadas.

**[0080]** Em uma forma de realização preferencial, o agente de nucleação é preferencialmente usado nas seguintes quantidades: vantajosamente de 0,1 a 5 % por peso, preferencialmente de 0,2 a 3 % por peso com base em cada caso no peso total da composição (FP).

**[0081]** Geralmente, a composição (FP) pode ser preparada por uma variedade de métodos envolvendo mistura íntima dos materiais de polímero com qualquer ingrediente opcional, como detalhado acima, desejado na formulação, por exemplo por mistura em fusão ou uma combinação de combinação a seco e mistura em fusão. Tipicamente, a combinação a seco do polímero de PEI, poli(éter sulfona de bifenila) (P2) e todos os outros ingredientes opcionais, como acima detalhado, é levada a cabo por uso de misturadores de elevada intensidade, tais como notavelmente misturadores tipo Henschel e misturadores de fita.

**[0082]** A mistura em pó assim obtida pode ser adequada para uso direto no segundo passo do método ou pode ser uma mistura concentrada a ser usada como lote principal e diluída em quantidades adicionais do polímero de PEI, poli(éter

sulfona de bifenila) (P2) em passos de processamento subsequentes. Os referidos lotes principais/concentrados podem ser também misturados em fusão antes do uso no segundo passo do método.

**[0083]** É adicionalmente possível fabricar a composição (FP) da invenção por intercalação no estado fundido adicional da mistura em pó como acima descrito. Como referido, a intercalação no estado fundido pode ser efetuada na mistura em pó como acima detalhado, ou preferencialmente diretamente no polímero de PEI, poli(éter sulfona de bifenila) (P2) e qualquer outro ingrediente possível. Podem ser usados dispositivos de intercalação no estado fundido convencionais, tais como extrusoras corrotativas e contrarrotativas, extrusoras de único parafuso, coamassadeiras, processadores de disco-pacote e vários outros tipos de equipamento de extrusão. Preferencialmente podem ser usadas extrusoras, mais preferencialmente extrusoras de parafuso duplo.

**[0084]** No caso de agente(s) de sopro estar/estarem compreendido(s) na composição (FP) são particularmente preferenciais extrusoras especialmente desenhadas, *i.e.*, extrusoras especificamente desenhadas para controlarem efetivamente a temperatura tal que processos adicionais tais como formação de espuma não sejam prematuramente iniciados e tal que a composição possa ser fundida, combinada, extrudada e peletizada sem formação de espuma prematura da composição. O desenho do parafuso de intercalação, p.ex., arremesso e largura, folga, comprimento bem como condições de operação será vantajosamente escolhido tal que sejam proporcionados calor e energia mecânica suficientes para fundir completamente vantajosamente a mistura em pó ou os ingredientes como acima detalhado e obter vantajosamente uma distribuição homogênea dos diferentes ingredientes, mas ainda suave o suficiente para manter vantajosamente a temperatura de processamento da composição abaixo daquela na qual a formação de espuma possa ser prematuramente iniciada, no caso de ingredientes de formação de espuma químicos estejam compreendidos na composição. Contudo que a temperatura de processamento seja mantida bem acima do ponto de amolecimento do polímero de PEI e poli(éter sulfona de bifenila) (P2) e, quando

agentes(s) de formação de espuma químico(s) esteja(m) compreendido(s), abaixo da temperatura de decomposição de qualquer dos referidos componentes de formação de espuma químicos possivelmente presentes é vantajosamente possível obter extrudados de cadeia da composição (FP) da invenção que não tenham sofrido formação de espuma significativa. Tais extrudados de cadeia podem ser cortados por meio, p.ex., de uma faca de corte rotativa alinhada para baixo em relação à placa da matriz, geralmente com um dispositivo subaquático, que assegura alinhamento perfeito da faca de corte com a placa da matriz, e coletados sob a forma de péletes ou esférulas. Alternativamente, os extrudados de cadeia podem ser também resfriados usando um banho de água de correia transportadora e depois cortados usando um peletizador. Assim, por exemplo, a composição (FP), que pode estar presente na forma de péletes ou esférulas, pode depois ser adicionalmente usada no segundo passo do método da presente invenção.

*Material de espuma (P)*

**[0085]** De acordo com o método da presente invenção, a composição (FP), como mencionada acima, é espumada no Passo 2. para originar o material de espuma (P) tendo elevado conteúdo de vazios, baixa densidade aparente e tamanhos de células substancialmente uniformes.

**[0086]** Para o propósito da presente invenção, o termo "tamanho de células substancialmente uniforme" se destina a denotar um material de espuma em que a magnitude de um desvio padrão da distribuição de frequências de tamanhos de células é no máximo 40 % do valor do tamanho de células médio estimado, assim, como um exemplo, uma espuma com um tamanho de células médio estimado de 100 micrômetros e um desvio padrão de 35 micrômetros na distribuição dos tamanhos de células estaria no escopo da definição acima para "tamanho de células substancialmente uniforme".

**[0087]** Foi descoberto que o material de espuma (P) preparado no segundo passo do método da presente invenção, dotado por ter tamanho de células uniforme, tem propriedades mecânicas melhoradas uma vez que células maiores atuam como um ponto fraco na espuma, o que pode iniciar uma falha e, adicionalmente, manter a

capacidade de ser termoformado, isto é, moldado em artigos de geometria possivelmente complexa por ação combinada de calor e pressão.

**[0088]** A formação de espuma da composição de polímero (FP) no Passo 2. do método da presente invenção pode ser realizada usando qualquer técnica de formação de espuma, que seja capaz de originar o material de espuma (P). Técnicas de formação de espuma adequados que podem ser usados na presente invenção incluem, mas não estão limitados a, processos com célula de pressão, processos com autoclave, processos de extrusão, processos de injeção direta (variotermo) e formação de espuma em esférulas.

**[0089]** O processo de extrusão é o mais preferencial.

**[0090]** Um processo com célula de pressão, por exemplo, é levado a cabo lote a lote; a composição (FP) é carregada em uma célula de pressão com um gás sob uma pressão que é mais elevada do que a pressão atmosférica e a uma temperatura que é mais baixa do que a temperatura de transição vítrea da mistura de polímero/gás. A temperatura é depois aumentada até uma temperatura que esteja acima da temperatura de transição vítrea mas abaixo da temperatura crítica da mistura de polímero de PEI/poli(éter sulfona de bifenila) (P2)/gás, por imersão em um banho de aquecimento, e depois o gás é dirigido para fora da mistura para produzir o material de espuma (P). A transferência da célula de pressão para o banho de aquecimento é geralmente levada a cabo o mais rapidamente possível, considerando que o gás dissolvido pode se difundir rapidamente para fora do polímero à pressão ambiente. Após formação de espuma, o material de espuma (P) é geralmente extinto em uma mistura de etanol/água a cerca de 20 °C.

**[0091]** Em um processo com autoclave, por exemplo, a composição (FP) é carregada com um gás em uma autoclave a uma temperatura que está acima da temperatura de transição vítrea da mistura de polímero de PEI/poli(éter sulfona de bifenila) (P2)/gás e a formação de espuma é induzida por liberação espontânea da pressão. Em contraste com o processo com célula de pressão, no qual a composição (FP) carregada com gás é normalmente transferida para um banho de aquecimento para aumentar a temperatura até acima da temperatura de transição

vítrea mas abaixo da temperatura crítica da mistura de polímero/gás, o processo com autoclave não necessita de uma etapa de aquecimento pois o polímero está já à temperatura requerida que é acima da temperatura de transição vítrea aquando do carregamento do gás.

**[0092]** Um processo de extrusão, em contraste com as duas técnicas descritas acima, é um processo contínuo. Em geral, no processo de extrusão, o material de espuma (P) é formado por fusão da composição (FP) na forma de um pélete ou uma esférula, misturando a mistura fundida assim obtida com pelo menos um agente de sopro sob pressão. Na saída da extrusora, durante a despressurização, o agente de sopro vaporiza e, por absorção do calor de evaporação, resfria rapidamente a massa fundida formando deste modo o material de espuma (P).

**[0093]** Qualquer equipamento de extrusão capaz de processamento da composição (FP) adequado pode ser usado para a extrusão. Por exemplo podem ser usadas extrusoras de parafuso único ou múltiplo, com uma extrusora em tandem sendo preferencial.

**[0094]** Em uma forma de realização preferencial específica, a composição (FP) é fundida em uma extrusora primária. O agente de sopro é depois alimentado à extrusora primária e misturado com a combinação fundida sob elevada pressão e temperatura nas últimas seções da extrusora primária. A massa fundida é depois alimentada sob pressão a uma extrusora secundária, que é usada para resfriar o material a ser espumado e transportar o mesmo através de uma fieira até um calibrador para formar o material de espuma (P). O calibrador ajuda a controlar a taxa de resfriamento e expansão do material de espuma (P). Portanto é benéfico para ajudar a controlar a espessura, largura e densidade do material de espuma (P). A fieira é operada a uma gama de temperaturas e gama de pressões específicas para proporcionar a resistência em fusão necessária e para suprimir a formação de espuma prematura na fieira. Em uma forma de realização é usada uma extrusora de parafuso único tanto para a extrusora primária como para a extrusora secundária. Em uma forma de realização alternativa é usada uma extrusora de parafuso duplo tanto para a extrusora primária como para a extrusora secundária. Ainda em uma

outra forma de realização alternativa é usada uma extrusora de parafuso único para uma da extrusora primária ou da extrusora secundária e é usada uma extrusora de parafuso duplo para a outra.

**[0095]** No Passo 2. do método da presente invenção, agente de sopro, ou combinações de agentes de sopro, pode ser vantajosamente usado em diferentes quantidades dependendo da densidade desejada do material de espuma (P). Em uma forma de realização preferencial da presente invenção, a quantidade usada do agente de sopro é de 0,5 a 15 por cento por peso, preferencialmente de 1 a 12 por cento por peso, particularmente preferencialmente de 3 a 10 por cento por peso, com base em cada caso no peso total da composição (FP).

**[0096]** Em geral pode ser usada uma quantidade maior de agente de sopro para formas de realização onde são para ser formadas espumas com densidade mais baixa.

**[0097]** Em geral, o agente de sopro é selecionado para ser suficientemente solúvel para crescer uniformemente os vazios nas bolhas que formam um material de espuma tendo a densidade selecionada. Como um resultado, se todos os parâmetros incluindo solubilidade do agente de sopro com o fundido de polímero de PEI/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) (à pressão, temperatura e taxa de cisalhamento) estão equilibrados e as paredes das bolhas são suficientemente estáveis tal que não se rompam ou coalesçam até que a viscosidade/resistência em fusão da resina/agente de sopro sejam suficientemente fortes para formar um material de espuma (P) estável à medida que esfria, o resultado é um material de espuma (P) com células pequenas, uniforme, boa tendo uma densidade selecionada.

**[0098]** Em geral, o tipo de material de espuma (P) a ser produzido pode também variar dependendo de outros fatores tais como a presença de partículas de agente de nucleação, das condições de carga e/ou processo, e do tipo de equipamento usado para formar os materiais de espuma.

**[0099]** No que diz respeito à natureza do agente de sopro, o processo de formação de espuma pode ser um processo de formação de espuma químico ou físico.

**[0100]** Em uma forma de realização preferencial, o processo de formação de espuma é um processo de formação de espuma físico.

**[0101]** Em um processo de formação de espuma físico é feito uso de ingredientes de formação de espuma físicos, tais como agentes de sopro e opcionalmente agentes de nucleação físicos.

**[0102]** Agentes de formação de espuma físicos se referem geralmente àqueles compostos que estão no estado gasoso nas condições de formação de espuma (geralmente elevadas temperatura e pressão) devido às suas propriedades físicas.

**[0103]** Os agentes de formação de espuma físicos podem ser alimentados ao equipamento, em que a formação de espuma tem lugar, quer na sua forma gasosa, ou em qualquer outra forma, a partir do qual será gerado um gás através de um processo físico (p.ex., evaporação, dessorção). De outro modo, agente de formação de espuma físico pode ser incluído na composição (FP) pré-formada a ser introduzida no equipamento de formação de espuma.

**[0104]** No Passo 2. do método da presente invenção pode ser usado qualquer agente de sopro físico convencional tal como gases inertes, p.ex., CO<sub>2</sub>, nitrogênio, argon; hidrocarbonetos, tais como propano, butano, pentano, hexano; álcoois alifáticos, tais como metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol; cetonas alifáticas, tais como acetona, cetona de metila e etila; ésteres alifáticos, tais como acetato de metila e etila; hidrocarbonetos fluorados, tais como 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC 134a) e difluoroetano (HFC 152a); e suas misturas.

**[0105]** É entendido que, à medida que o agente de sopro físico é fornecido na forma de fluido a um fundido, gera vantajosamente bolhas, à medida que o fundido passa através da fiação e é despressurizado. Isto pode ser também realizado em dispositivos de extrusão.

**[0106]** Em uma forma de realização alternativa da presente invenção, o processo de formação de espuma é um processo de formação de espuma químico.

**[0107]** Em um processo de formação de espuma químico é feito geralmente uso de um agente de formação de espuma químico, em particular um agente de sopro químicos.

**[0108]** Os agentes de formação de espuma químicos se referem geralmente àquelas composições que se decompõem ou reagem sob a influência de calor em condições de formação de espuma, para gerar um gás de formação de espuma.

**[0109]** Os agentes de formação de espuma químicos podem estar compreendidos na composição (FP) gerando deste modo *in situ* o gás de formação de espuma ou podem ser adicionados no presente Passo 2 da presente invenção. A formação de espuma química pode ser também realizada em dispositivos de extrusão.

**[0110]** Agentes de formação de espuma químicos adequados incluem notavelmente sais simples tais como bicarbonato de amônio ou sódio, agentes de formação de espuma com evolução de nitrogênio; notavelmente compostos aromáticos, aromáticos alifáticos e azo e diazo alifáticos, tais como azodicarbonamida e sulfonidrazidas, tais como benzenossulfocarbamidas e oxibis(benzenossulfonidrazida). Os referidos agentes de formação de espuma químicos podem ser opcionalmente misturados com ativadores adequados, tais como por exemplo aminas e amidas, ureia, sulfonidrazidas (que podem também atuar como agente de formação de espuma secundário); e similares.

**[0111]** Embora o material de espuma (P) esteja substancialmente isento dos agentes de sopro é contemplado que quantidades residuais do um ou mais agentes de sopro podem permanecer no material de espuma, embora estas quantidades residuais não sejam suficientes para afetar adversamente as características de espuma do material de espuma (P).

**[0112]** Em formas de realização alternativas, qualquer um do agente de sopro residual pode ser adicionalmente reduzido por exposição adicional do material de espuma (P) a um ciclo de calor.

**[0113]** Em uma forma de realização da presente invenção, o material de espuma (P) formado no Passo 2. da presente invenção tem vantajosamente uma densidade

na gama de 10 a 170 kg/m<sup>3</sup>, preferencialmente de 20 a 150 kg/m<sup>3</sup>, mais preferencialmente de 20 a 100 kg/m<sup>3</sup>, ainda mais preferencialmente de 20 a 55 kg/m<sup>3</sup>.

**[0114]** O material de espuma (P) da presente invenção tem vantajosamente um tamanho de células médio de menos do que 500 microns, preferencialmente menos do que 100 microns, mais preferencialmente menos do que 50 microns.

**[0115]** A densidade pode ser medida de acordo com ASTM D1622.

**[0116]** O tamanho de células pode ser medido usando microscopia ótica ou eletrônica de varrimento.

**[0117]** O material de espuma (P) formado no Passo 2. da presente invenção pode estar na forma de um painel, uma folha ou um filme. É também entendido que o material de espuma (P) pode ser fabricado como uma folha ou um painel suportado em um filme de suporte ou ensanduichado entre dois filmes de suporte. Tais pré-formas de material de espuma (P) são usadas no Passo 3. do método da presente invenção. Mais preferencialmente, o material de espuma (P) está na forma de um painel de espuma ou um filme de espuma. O mais preferencialmente, o material de espuma (P) está na forma de um painel de espuma.

**[0118]** Em uma forma de realização específica do método da presente invenção, o painel de espuma formado no Passo 2. do método da presente invenção tem vantajosamente uma espessura na gama de 1 mm a 30 mm, preferencialmente de 3 mm a 10 mm, mais preferencialmente de 4 mm a 6 mm.

**[0119]** Em outra forma de realização específica do método da presente invenção, o filme de espuma formado no Passo 2. do método da presente invenção tem vantajosamente uma espessura na gama de 0,1 mm a 3,0 mm, preferencialmente de 0,2 mm a 1,0 mm, mais preferencialmente de 0,2 mm a 0,5 mm.

#### *Artigo espumado termoformado*

**[0120]** No método da presente invenção, a moldagem do material de espuma (P) no Passo 3. sob o efeito de calor e pressão para proporcionar um artigo espumado termoformado pode ser alcançada seguindo vários processos de termoformação conhecidos na técnica.

**[0121]** Processos de termoformação adequados que podem ser usados na presente invenção incluem, mas não estão limitados a, processos de formação em vácuo, formação com pressão, formação com molde correspondido, termoformação em folha fina. O processo de formação em vácuo é particularmente preferencial.

**[0122]** Tipicamente, um processo de termoformação pode ser dividido em quatro passos: (i) pré-formação do material de espuma (P) sob o efeito de aquecimento (*i.e.*, o passo de pré-aquecimento), (ii) formação do artigo espumado termoformado por manutenção do material de espuma (P) contra um molde sob diferencial de pressão e aquecimento (*i.e.*, o passo de formação), (iii) resfriamento do artigo espumado termoformado no molde (*i.e.*, o passo de resfriamento) (iv) desbaste do artigo espumado termoformado (*i.e.*, o passo de desbaste).

**[0123]** Qualquer equipamento de termoformação adequado capaz de termoformar o material de espuma (P) pode ser usado no passo 3. do método da presente invenção.

**[0124]** Por exemplo pode ser usada uma mesa de vácuo com uma tabela de vácuo com temperatura controlada sendo preferencial.

**[0125]** A pré-formação do material de espuma (P) no passo (i) é tipicamente levada a cabo por pré-aquecimento do material de espuma (P) até à sua temperatura de formação por uso por exemplo de aquecedores por condução tais como notavelmente aquecedores por contato, aquecedores por convecção, tais como notavelmente aquecedores a gás, fornos com circulação de ar quente, aquecedores por indução ou aquecedores por radiação, tais como, notavelmente, aquecedores com comprimentos de onda no espectro de luz dos infravermelhos, aquecedores com radiofrequência. Fornos com circulação de ar quente são particularmente preferenciais.

**[0126]** Para o propósito da presente invenção, o termo "temperatura de formação" se destina a denotar uma temperatura à qual o polímero pode ser moldado sob uma taxa de deformação controlada mas não tão elevada de modo a causar amolecimento excessivo e colapso da espuma.

**[0127]** Durante o passo de pré-aquecimento (i), o material de espuma (P) é geralmente pré-aquecido até uma temperatura de pelo menos 170 °C, preferencialmente pelo menos 190 °C e mais preferencialmente pelo menos 200 °C.

**[0128]** O material de espuma (P) é geralmente pré-aquecido no passo (i) durante um intervalo de tempo de pelo menos 10 min, preferencialmente pelo menos 30 min, mais preferencialmente pelo menos 60 min.

**[0129]** O material de espuma (P) é geralmente pré-aquecido no passo (i) durante um intervalo de tempo de no máximo 120 min, preferencialmente no máximo 90 min, mais preferencialmente no máximo 70 min.

**[0130]** Se desejado, o passo de formação (ii) pode ser levado a cabo sem realização do passo de pré-aquecimento (i).

**[0131]** Como referido, durante o passo de formação (ii), o material de espuma (P) é mantido contra um molde com temperatura controlada sob diferencial de pressão.

**[0132]** A pressão no passo de formação (ii) é vantajosamente pelo menos 2 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 5 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 10 pol. Hg.

**[0133]** A pressão no passo de formação (ii) é vantajosamente no máximo 20 pol. Hg, preferencialmente no máximo 17 pol. Hg, mais preferencialmente no máximo 15 pol. Hg.

**[0134]** O referido diferencial de pressão pode ser adequadamente aplicado sob a forma de um vácuo, pressão de ar, auxiliares mecânicos tais como tampões, diafragmas de borracha, e suas combinações.

**[0135]** A temperatura no passo (ii) é geralmente mantida à mesma temperatura do passo (i).

**[0136]** No processo de formação em vácuo, como mencionado acima, o diferencial de pressão é aplicado sob a forma de um vácuo. O referido vácuo pode ser aplicado usando uma variedade de sistemas de formação em vácuo tais como notavelmente sistemas baseados em técnicas de ensacamento em vácuo, mesas de formação em vácuo aquecidas.

**[0137]** Um sistema de formação em vácuo baseado na técnica de ensacamento em vácuo é particularmente preferencial.

**[0138]** É entendido que, antes da aplicação de vácuo, a pressão no equipamento de termoformação é igual à pressão atmosférica [(29,92 polegadas de mercúrio (pol. Hg)].

**[0139]** No passo de formação (ii), o vácuo pode ser aplicado em uma etapa ou em duas etapas.

**[0140]** Em uma primeira forma de realização no passo (ii), o vácuo é aplicado em uma etapa.

**[0141]** Em esta forma de realização, o vácuo é vantajosamente proporcionado a partir da pressão atmosférica até um nível de pressão em vácuo máximo 1 [vácuo (1)] a uma taxa de vácuo de pelo menos 2 pol. Hg/min, preferencialmente de pelo menos 4 pol. Hg/min, mais preferencialmente de pelo menos 6 pol. Hg/min.

**[0142]** O vácuo (1) é vantajosamente pelo menos 5 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 7 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 10 pol. Hg.

**[0143]** O vácuo (1) é vantajosamente no máximo 20 pol. Hg, preferencialmente no máximo 17 pol. Hg, mais preferencialmente no máximo 15 pol. Hg.

**[0144]** Em esta forma de realização, o vácuo é adicionalmente mantido constante a vácuo (1) vantajosamente durante um período de pelo menos 20 min, preferencialmente de pelo menos 30 min.

**[0145]** Em uma segunda forma de realização mais preferencial no passo (ii), o vácuo é aplicado em duas etapas.

**[0146]** Em uma primeira etapa da segunda forma de realização, o vácuo é vantajosamente proporcionado a partir da pressão atmosférica até um nível de pressão em vácuo 2 [vácuo (2)] a uma taxa de vácuo de pelo menos 0,2 pol. Hg/min, preferencialmente de pelo menos 0,4 pol. Hg/min, mais preferencialmente de pelo menos 1,0 pol. Hg/min.

**[0147]** Na referida primeira etapa, o vácuo é vantajosamente proporcionado a partir da pressão atmosférica até vácuo (2) a uma taxa de vácuo de no máximo 6,0 pol. Hg/min, preferencialmente de no máximo 4,0 pol. Hg/min, mais

preferencialmente de no máximo 2,0 pol. Hg/min. O vácuo (2) é vantajosamente pelo menos 1 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 3 pol. Hg, mais preferencialmente pelo menos 5 pol. Hg.

**[0148]** O vácuo (2) é vantajosamente no máximo 20 pol. Hg, preferencialmente no máximo 17 pol. Hg, mais preferencialmente no máximo 15 pol. Hg.

**[0149]** Em uma segunda etapa da segunda forma de realização, o vácuo é adicionalmente mantido constante a vácuo (2), ou é continuamente aumentado até um nível de pressão em vácuo máximo 3 [vácuo (3)] ou é aumentado de um modo passo a passo até vácuo (3).

**[0150]** O vácuo (3) é vantajosamente pelo menos 5 pol. Hg, preferencialmente pelo menos 7 pol. Hg, mais preferencialmente pelo menos 10 pol. Hg.

**[0151]** O vácuo (3) é vantajosamente no máximo 20 pol. Hg, preferencialmente no máximo 17 pol. Hg, mais preferencialmente no máximo 15 pol. Hg.

**[0152]** Em uma forma de realização do método da invenção, o vácuo na segunda etapa é continuamente aumentado até vácuo (3) a uma taxa de vácuo de pelo menos 0,2 pol. Hg/min, preferencialmente de pelo menos 0,4 pol. Hg/min, mais preferencialmente de pelo menos 1,0 pol. Hg/min.

**[0153]** Na referida segunda etapa, o vácuo é vantajosamente proporcionado a partir da pressão atmosférica até vácuo (3) a uma taxa de vácuo de no máximo 6,0 pol. Hg/min, preferencialmente de no máximo 4,0 pol. Hg/min, mais preferencialmente de no máximo 2,0 pol. Hg/min.

**[0154]** Em outra forma de realização do método da invenção, o vácuo na segunda etapa é periodicamente aumentado de um modo passo a passo até vácuo (3) por meio do que o vácuo em cada passo é vantajosamente aumentado em uma quantidade variando de 0,2 pol. Hg a 10 pol. Hg, preferencialmente de 0,5 pol. Hg a 5 pol. Hg, ainda mais preferencialmente 0,8 pol. Hg a 1,5 pol. Hg em períodos correspondentes variando de 0,1 a 20 min, preferencialmente de 1 a 10 min, mais preferencialmente de 3 a 6 min. Foram obtidos bons resultados quando o vácuo foi aumentado passo a passo com aumentos de 1 pol. Hg a cerca de cada 5 minutos.

**[0155]** O passo de resfriamento (iii) e o passo de desbaste (iv) no passo 3. do método da presente invenção são tipicamente levados a cabo de acordo com métodos padrão conhecidos na técnica.

**[0156]** Um aspeto da presente invenção proporciona também um artigo espumado termoformado compreendendo pelo menos um componente compreendendo o material de espuma (P), como detalhado acima, que proporciona várias vantagens em relação a partes e artigos da técnica prévia, em particular retorno elástico melhorado, encolhimento minimizado. Preferencialmente, o artigo espumado termoformado consiste no material de espuma (P) como detalhado acima.

**[0157]** Em uma forma de realização da presente invenção, o artigo é um componente estrutural de aeronave tal como notavelmente painéis de teto, painéis laterais, painéis de chão, painéis de privacidade, caixotes de arrumação, corrimãos para caixotes de arrumação, tabletes, painéis de célula úmida, dutos e difusores, unidades de serviço de passageiros, cozinhas e portas de cozinha, painéis de dado, painéis de carga, invólucros de assento.

**[0158]** Em outra forma de realização da presente invenção, o artigo é um dispositivo eletrónico móvel tal como notavelmente um computador portátil, um telefone móvel, um GPS, um tablete, assistentes digitais pessoais, dispositivos de gravação portáteis, dispositivos de reprodução portáteis e receptores de rádio portáteis.

**[0159]** Ainda em outra forma de realização da presente invenção, o artigo é um dispositivo médico tal como notavelmente bandejas médicas, artigos resistentes à esterilização.

**[0160]** Ainda em outra forma de realização da presente invenção, o artigo é um material de construção, um bem doméstico tal como notavelmente bandejas de serviço de alimentos.

**[0161]** Caso a divulgação de quaisquer patentes, pedidos de patentes, e publicações que estejam incorporados aqui por referência entrem em conflito com a

descrição do presente pedido na medida em que possa tornar um termo pouco claro, a presente descrição deverá prevalecer.

#### EXEMPLOS

**[0162]** A invenção será agora descrita em mais detalhes com referência aos seguintes exemplos, cujo propósito é meramente ilustrativo e não se destinando a limitar o escopo da invenção.

#### **Matérias-primas**

**[0163]** *Dióxido de titânio* : – Dióxido de titânio Tipure<sup>®</sup> R-105, um TiO<sub>2</sub> de rutilo fabricado pelo processo de cloreto, tratado com sílica e alumina.

PPSU RADEL<sup>®</sup> R da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C.

PPSU RADEL<sup>®</sup> R 5100 da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C.

PEI Ultem<sup>™</sup> 1000 (da Sabic Innovative Plastics)

#### **Procedimento geral para a preparação do material de espuma (P)**

**[0164]** Um polímero ou mistura de polímeros foi intercalado com quantidades apropriadas de TiO<sub>2</sub> (ver Tabela 1 em baixo). A intercalação em péletes foi realizada em uma extrusora de parafuso duplo Berstorff 25 mm tendo uma razão L/D de 40:1 e oito seções de cilindro, das quais as seções 2-8 estão equipadas com aquecimento e resfriamento. Em cada caso, os péletes de polímero de base e o TiO<sub>2</sub> foram primeiramente combinados em tambor durante vinte minutos e depois a mistura foi alimentada à garganta da extrusora. A extrusora foi definida a uma temperatura de cilindro de 330 °C para as seções de cilindro 2-8. A temperatura da fieira foi fixada em 340 °C e uma velocidade de parafuso de 200 rpm foi usada em conjunto com uma taxa de produção de 25 lb/h para cada uma das quatro formulações. A ventilação em vácuo do fundido foi realizada na seção de cilindro 7. O extrudado da extrusora foi em cada caso resfriado em uma tina de água e depois peletizado. Os péletes produzidos a partir da formulação são secos a temperaturas entre 130 e 180 °C durante 8 horas e são de seguida alimentados à instalação de formação de espuma que consistiu em uma extrusora de parafuso duplo Reifenhauer com diâmetro de 41 mm que está ajustado em série com uma extrusora de parafuso único Reifenhauer de 50 mm. O primeiro produto da

extrusora (extrusora A) alimentado através de um tubo de fusão diretamente à segunda (extrusora B) em uma configuração em T. A extrusora A tem uma razão L/D de 43 enquanto a extrusora B tem uma L/D de 30. A extrusora B estava equipada com uma matriz de fenda de 1 mm. Os péletes produzidos a partir da formulação foram alimentados à extrusora A onde foram fundidos. O ponto de injeção para o agente de sopro estava localizada a dois terços do caminho ao longo do comprimento axial da extrusora A. Etanol foi calibrado e injetado no fundido de polímero a pressões de 60-300 bar dependendo da presente pressão do fundido na extrusora. A mistura homogeneizada de fundido de polímero e etanol foi depois alimentada à extrusora B onde a mistura foi resfriada até temperaturas entre 180 e 230 °C. A mistura é depois extrudada através da matriz de fenda e para o calibrador para formar um painel de espuma.

#### **Exemplo 1**

**[0165]** Um painel espumado com espessura de 13 mm foi produzido a partir de uma combinação 75/25 de homopolímero de PPSU da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C. e polímero de PEI da Sabic Industries de acordo com o procedimento geral, como descrito acima. O referido painel espumado foi adicionalmente cortado até entre 6-7 mm usando uma serra de fita horizontal e usado para termoformação de acordo com o procedimento geral descrito em baixo, originando um artigo de espuma termoformado.

**[0166]** A análise eletrônica de varrimento (SEM) no corte transversal da folha mostrou que as pranchas tinham morfologia de células essencialmente uniforme em todo o lado. Os resultados estão resumidos na Tabela 1, ver em baixo.

#### **Exemplo 2**

**[0167]** Um painel espumado com espessura de 13 mm foi produzido a partir de uma combinação 50/50 de homopolímero de PPSU da Solvay Specialty Polymers USA, L.L.C. e polímero de PEI da Sabic Industries de acordo com o procedimento geral, como descrito acima. O referido painel espumado foi adicionalmente cortado até uma espessura entre 6-7 mm usando uma serra de fita horizontal e usado para

termoformação de acordo com o procedimento geral descrito em baixo, originando um artigo de espuma termoformado.

**[0168]** A análise eletrônica de varrimento (SEM) no corte transversal da folha mostrou que as pranchas tinham morfologia de células essencialmente uniforme em todo o lado. Os resultados estão resumidos na Tabela 1, ver em baixo.

### **Procedimento geral para termoformação do material de espuma (P)**

**[0169]** O painel de espuma cortado foi colocado em um forno com circulação de ar quente, e pré-aquecido até 200 °C durante 30 min. Entretanto foi construída uma montagem consistindo em um molde de metal colocado em uma placa de alumínio com espessura de ¼" que estava coberta por um pano de respiro de náilon. Um filme de ensacamento de náilon foi depois colocado sobre a placa e componentes e preso em 3 lados usando fita pegajosa para formar um sistema de ensacamento. O painel de espuma cortado foi tirado do forno e colocado sobre o molde na montagem, e o 4º lado do saco foi depois preso usando a fita pegajosa. A montagem inteira foi depois colocada no forno com circulação de ar quente, e uma válvula de liberação rápida foi inserida no sistema de ensacamento para permitir a aplicação de vácuo. O sistema de ensacamento inteiro foi depois colocado no forno com circulação de ar quente mantido a uma temperatura de 200 °C. Após 10 minutos de estabilização, um vácuo de 8 pol. Hg foi aplicado durante um período de tempo de 5 minutos. Em esta etapa, a espuma foi formada sobre o molde sem fratura. O vácuo foi aumentado até 15 pol. Hg durante 20 min adicionais. O forno com circulação de ar quente foi depois resfriado até à temperatura ambiente sob vácuo. Em esse ponto, o vácuo foi liberado e a parte termoformada foi removida.

### **Exemplo 3**

**[0170]** O painel de espuma cortado do exemplo 1 tendo uma espessura de 6,3 mm foi termoformado de acordo com o procedimento geral, como detalhado acima. A parte termoformada mostra encolhimento e retorno elástico negligenciáveis. Os resultados estão resumidos na Tabela 1, ver em baixo.

**Exemplo 4**

**[0171]** O painel de espuma cortado do exemplo 2 tendo uma espessura de 6,5 mm foi termoformado de acordo com o procedimento geral, como detalhado acima. A parte termoformada mostra encolhimento e retorno elástico negligenciáveis. Os resultados estão resumidos na Tabela 1, ver em baixo.

**Tabela 1**

<b>Nº dos Exemplos</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
PEI Ultem™ 1000	25	50
PPSU RADEL® R 5100 (% p.) <sup>a</sup>	75	50
TiO <sub>2</sub> (% p.) <sup>b</sup>	1,5	1,5
Etanol (% p.) <sup>b</sup>	8	8
Temperatura de fusão (°C)	228	227
<b>Propriedades da espuma</b>		
Densidade (kg/m <sup>3</sup> ) <sup>c</sup>	48,8	64,0
Espessura (mm)	13	13
Tamanho de células (mícrons) <sup>d</sup>	135 ± 28	102 ± 18
<b>Propriedades da Espuma termoformada</b>		
<b>Nº dos Exemplos</b>	<b>3</b>	<b>4</b>
Espessura (mm)	6,3	6,5
Densidade (kg/m <sup>3</sup> ) <sup>c</sup> antes da termoformação	47,7	69,2
Densidade (kg/m <sup>3</sup> ) <sup>c</sup> após termoformação	48,4	68,7

(<sup>a</sup>) % p. em relação ao peso total de PEI Ultem™ 1000 e PPSU RADEL® R 5100

(<sup>b</sup>) % p. em relação ao peso total de todos os componentes na composição

(<sup>c</sup>) a densidade foi determinada de acordo com o método de fluabilidade por meio do que a amostra foi imersa em água durante cerca de 1 minuto e o volume deslocado foi medido (princípio de Arquimedes). Na referida técnica de fluabilidade, a pesagem dos espécimes de espuma foi levada a cabo em ar e em água como no procedimento do método ASTM D792.

(<sup>d</sup>) o tamanho de células e distribuição dos tamanhos de células nas espumas obtidas foram caracterizados por microscopia eletrônica de varrimento (SEM). A

análise das imagens das imagens da SEM dos cortes transversais de espuma foi realizada usando o *software* de análise de imagens “ImageJ” Versão 1.44 que está publicamente disponível na Internet.

## REIVINDICAÇÕES

1. Método para fabricação de um artigo de espuma de polieterimida/poli(éter sulfona de bifenila) termoformado, caracterizado pelo fato de que compreende seguir os seguintes três passos:

Passo 1: preparação de uma composição espumável de polieterimida (PEI)/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) [composição (FP)], em que a referida composição (FP) compreende PEI em uma quantidade variando de 0,1 % por peso (% p.) a 99,9 % p., com base no peso total da PEI e da poli(éter sulfona de bifenila) (P2),

Passo 2: formação de espuma da composição (FP) para originar um material de (PEI)/poli(éter sulfona de bifenila) espumado [material de espuma (P)], e

Passo 3: moldagem do referido material de espuma (P) sob o efeito de calor e pressão para proporcionar um artigo espumado termoformado.

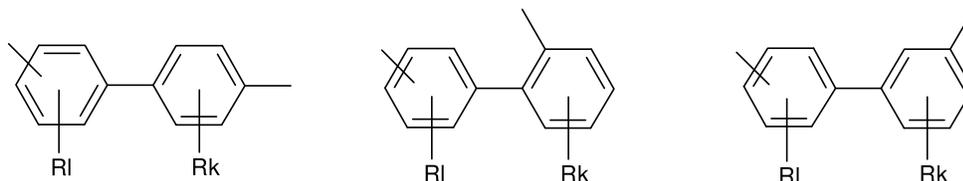
2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a composição (FP) compreende um polímero de (PEI)/poli(éter sulfona de bifenila) (P2) em uma quantidade acima de 50 % p., com base no peso total da composição (FP).

3. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que mais do que 50 % p. das unidades recorrentes do polímero de poli(éter sulfona de bifenila) (P2) são unidades recorrentes (R2) da fórmula (A):



em que :

$\text{Ar}^1$ ,  $\text{Ar}^2$ ,  $\text{Ar}^3$ ,  $\text{Ar}^4$ , e  $\text{Ar}^5$ , iguais ou diferentes uns dos outros e em cada ocorrência, são independentemente um grupo mono- ou polinuclear aromático; contanto que pelo menos um  $\text{Ar}^1$  até  $\text{Ar}^5$  seja uma fração aromática contendo pelo menos um grupo bifenileno, selecionado do grupo consistindo naqueles obedecendo às seguintes fórmulas:



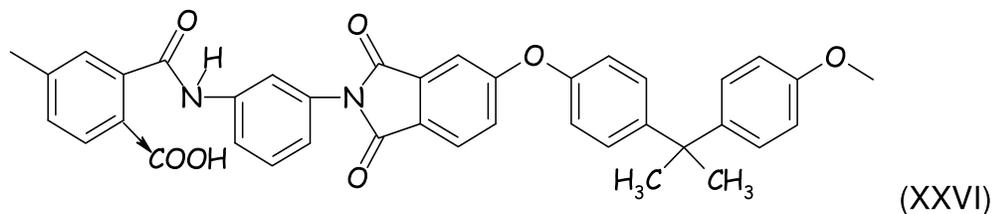
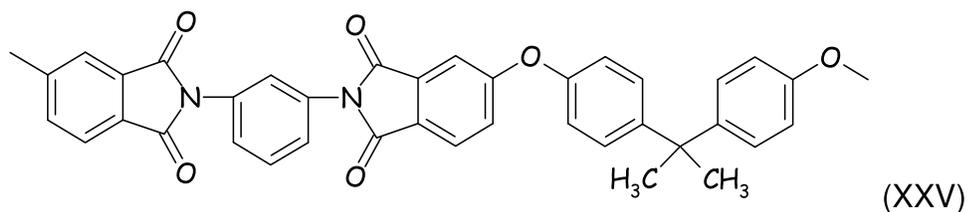
em que R é selecionado do grupo consistindo em:

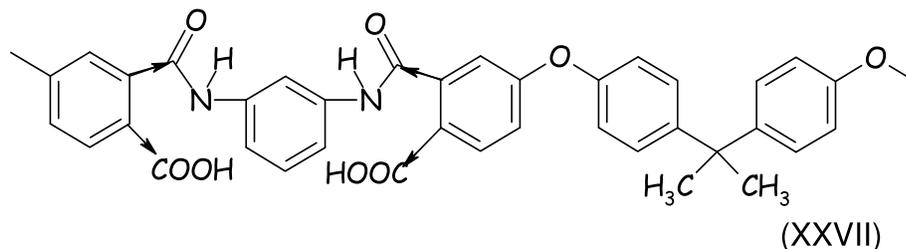
hidrogênio, halogênio, alquila, alquenila, alquinila, arila, éter, tioéter, ácido carboxílico, éster, amida, imida, sulfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, sulfonato de alquila, fosfonato de metal alcalino ou alcalinoterroso, fosfonato de alquila, amina e amônio quaternário e k e l, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente 0, 1, 2, 3 ou 4, e

cada um de T, igual ou diferente uns dos outros, é uma ligação ou um grupo divalente compreendendo opcionalmente um ou mais do que um heteroátomo;

n e m, iguais ou diferentes uns dos outros, são independentemente zero ou um número inteiro de 1 a 5;

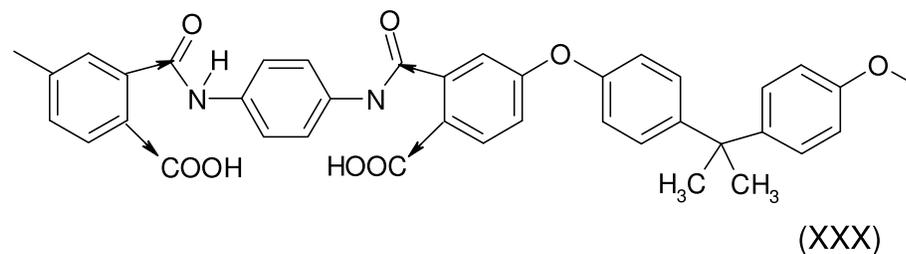
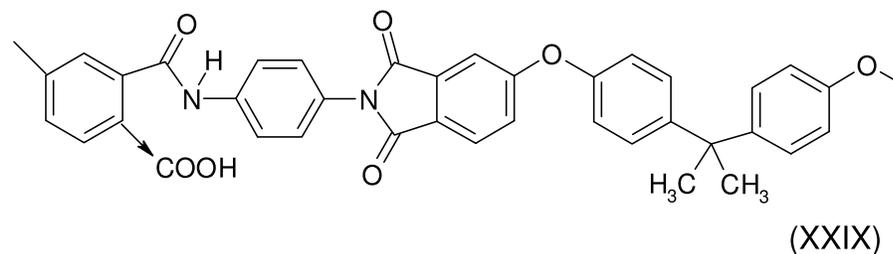
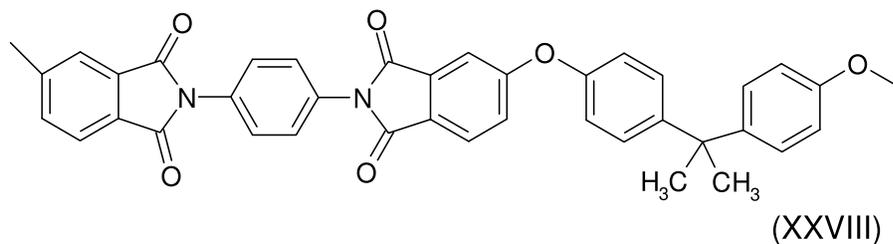
4. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que na polieterimida (PEI), mais do que 50 % das unidades recorrentes (R1) serem unidades recorrentes (R1a) selecionadas do grupo consistindo naquelas da fórmula (XXV) na forma de imida, suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXVI) e (XXVII), e suas misturas:





em que, nas fórmulas (XXVI) e (XXVII), a  $\rightarrow$  designa isomerismo tal que, em qualquer unidade recorrente, os grupos para onde a seta aponta possam existir como mostrado ou em uma posição alternada.

5. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que na polieterimida (PEI), mais do que 50 % das unidades recorrentes (R1) serem unidades recorrentes (R1a-4) selecionadas do grupo consistindo naquelas da fórmula (XXVIII) na forma de imida, suas correspondentes formas de ácido âmico das fórmulas (XXIX) e (XXX), e suas misturas:



em que, nas fórmulas (XXIX) e (XXX), a  $\rightarrow$  designa isomerismo tal que, em qualquer unidade recorrente, os grupos para onde a seta aponta possam existir como mostrado ou em uma posição alternada.

6. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4 ou 5, caracterizado pelo fato de que é usado um agente de nucleação no passo 1 em uma quantidade de 0,1 a 5 % por peso com base no peso total da composição (FP).

7. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que a formação de espuma no passo 2 é realizada por uma técnica de formação de espuma selecionada de um grupo consistindo em processos com célula de pressão, processos com autoclave, processos de extrusão, processos de injeção direta (variotermo) e formação de espuma em esférulas.

8. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6 ou 7, caracterizado pelo fato de que a moldagem do material de espuma (P) no passo 3 é realizada por um processo de termoformação selecionado de um grupo consistindo em processos de formação em vácuo, formação com pressão, formação com molde correspondido e termoformação em folha fina.

9. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o processo de termoformação é realizado em quatro passos: (i) pré-formação do material de espuma (P) sob o efeito de aquecimento (i.e., o passo de pré-aquecimento), (ii) formação do artigo espumado termoformado por manutenção do material de espuma (P) contra um molde sob diferencial de pressão e aquecimento (i.e., o passo de formação), (iii) resfriamento do artigo espumado termoformado no molde (i.e., o passo de resfriamento) (iv) desbaste do artigo espumado termoformado (i.e., o passo de desbaste).

10. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que o processo de termoformação é um processo de formação em vácuo.

11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 ou 10, caracterizado pelo fato de que o material de espuma (P) é pré-aquecido no passo de pré-aquecimento (i) a uma temperatura de pelo menos 200 °C e durante um intervalo de tempo de pelo menos 10 min.

12. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 ou 10, caracterizado pelo fato de que material de espuma (P) no passo de formação (ii) é

mantido contra um molde com temperatura controlada sob diferencial de pressão em que a referida pressão é pelo menos 2 pol. Hg, o diferencial de pressão está preferencialmente sob a forma de um vácuo.

13. Método de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o vácuo é aplicado em uma etapa e é proporcionado a partir de pressão atmosférica até um nível de pressão em vácuo máximo 1 [vácuo (1)] de pelo menos 5 pol. Hg e uma taxa de vácuo de pelo menos 2 pol. Hg/min.

14. Método de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o vácuo é aplicado em duas etapas, em que, na primeira etapa, o vácuo é proporcionado a partir de pressão atmosférica até um nível de pressão em vácuo máximo 2 [vácuo (2)] de pelo menos 1 pol. Hg e a uma taxa de vácuo de pelo menos 0,2 pol. Hg/min e, em uma segunda etapa, o vácuo é adicionalmente mantido constante a vácuo (2), ou é continuamente aumentado até um nível de pressão em vácuo máximo 3 [vácuo (3)] de pelo menos 5 pol. Hg ou é aumentado de um modo passo a passo até vácuo (3).

15. Artigo espumado termoformado, caracterizado pelo fato de que é preparado pelo método como definido em qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 ou 14.