



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

(11) PI 0704071-7 B1

(22) Data do Depósito: 14/11/2007

(45) Data de Concessão: 21/11/2017



(54) Título: PRODUTO ADESIVO DE BAIXO RUÍDO E PROCESSO DE PREPARAÇÃO DO MESMO

(51) Int.Cl.: C09J 133/04; C09J 7/02

(30) Prioridade Unionista: 16/11/2006 EP 06291789.3

(73) Titular(es): ROHM AND HAAS COMPANY

(72) Inventor(es): WILLIAM GRIFFITH; ROBERT V. SLONE; ISABELLE UHL

“PRODUTO ADESIVO DE BAIXO RUÍDO E PROCESSO DE PREPARAÇÃO DO MESMO”

A presente invenção refere-se a um produto adesivo de baixo ruído, mais especificamente, um produto de fita de baixo ruído contendo um revestimento adesivo apresentando polímeros em emulsão unimodais ou bimodais pequenos e um processo para preparação de um produto do tipo referido.

Atualmente, fitas adesivas conhecidas desenrolam-se de maneira relativamente ruidosa quando usadas na prática, i.e., a velocidades de desenrolamento entre 20 e 200 m/min, e levam à deterioração das condições de trabalho como um resultado de níveis de ruído incrementados. Há uma demanda global crescente por um produto de fita de baixo ruído que seja econômico, produtivo e não-tóxico. Esta demanda é particularmente manifestada no mercado europeu.

Patente US nº 6.706.392 divulga uma fita do tipo referido representando um tentativa de resolver este problema do desenrolamento ruidoso. A US 6.706.392 divulga uma fita adesiva isenta de solvente com uma película à base de poliolefinas e um adesivo à base de dispersão acrílica. Embora este produto possa revelar benefícios associados com o desenrolamento ruidoso, ele requer o uso de um material muito tóxico, propilenoimina.

A presente invenção resolve este problema de desenrolamento ruidoso e de toxicidade proporcionando um produto adesivo contendo polímeros em emulsão que compreendem mais de uma partícula, em que pelo menos uma partícula apresenta um diâmetro médio de partícula inferior ou igual a 250 nm e pelo menos uma partícula apresenta um diâmetro médio de partícula acima de 250 nm. Este produto adesivo é capaz de proporcionar desenrolamento silencioso a altas velocidades de desenrolamento, é meramente tão eficiente quanto outros produtos de fita, e elimina o uso de

propilenoimina e outras aziridinas tóxicas. A eliminação do uso destes compostos tóxicos em produtos de fita de baixo ruído é particularmente benéfica porque mercados estão tornando-se cada vez mais e mais conscientes ambientalmente e preocupam-se com os materiais que são usados na
5 produção.

Assim, a presente invenção proporciona um produto adesivo não-tóxico, de baixo ruído, compreendendo polímero em emulsão unimodal e/ou bimodal pequeno em fita de poliolefina. Verificou-se que desempenho de baixo ruído é menos sensível a variações de processo e composicionais em
10 emulsões adesivas sensíveis a pressão bimodais do que em emulsões unimodais do estado da técnica. Adicionalmente, emulsões adesivas sensíveis a pressão bimodais podem ser formadas com maior teor de sólidos do que emulsões unimodais ao mesmo tempo que conservam baixa viscosidade, permitindo com isto maior capacidade de produção de um dado vaso. Elas
15 também apresentam menores custos de transporte por peso de polímero seco e secagem mais rápida do adesivo com alto teor de sólidos no processo de preparação da fita proporcionando com isso capacidade de produção incrementada e/ou reduzido consumo de energia nos fornos de secagem. Considera-se também que amplas distribuições de diâmetros de partículas
20 ponderais médios ou distribuições de três ou mais modos de diâmetros de partículas ponderais médios em que pelo menos um dos modos é um modo fino proporcionará produtos adesivos de baixo ruído vantajosos. A presente invenção também demonstra resultados inesperados no desenrolamento silencioso a altas velocidades de desenrolamento e prefere-se como uma fita
25 adesiva de embalagem para aplicações comercialmente usuais de embalagem de papelão.

Como usado aqui, o uso do termo “(met)” seguido de outro termo, como acrilato refere-se tanto a acrilatos e a metacrilatos. Por exemplo, o termo “(met)acrilato” refere-se tanto a acrilato ou a metacrilato; o termo

“(met) acrílico” refere-se tanto a acrílico ou a metacrílico; o termo
 “(met)acrilonitrila” refere-se a acrilonitrila ou metacrilonitrila; e o termo
 “(met)acrilamida” refere-se a acrilamida ou metacrilamida.

5 “Temperatura de transição vítrea” ou “ T_g ” como usado aqui,
 significa que a temperatura à qual ou acima da qual um polímero vítreo
 sofrerá movimento segmental da cadeia polimérica. Temperaturas de
 transição vítrea de um polímero podem ser estimadas pela equação de Fox
 [*Bulletin of the American Physical Society*, 1, 3, p. 123 (1956)] como a seguir:

$$\frac{1}{T_g} = \frac{w_1}{T_{g(1)}} + \frac{w_2}{T_{g(2)}}$$

10 No caso de um copolímero, w_1 e w_2 referem-se à fração em
 peso dos dois comonômeros, e $T_{g(1)}$ e $T_{g(2)}$ referem-se às temperaturas de
 transição vítrea dos dois homopolímeros correspondentes em graus Kelvin.
 No caso de polímeros contendo três ou mais monômeros, adiciona-se termos
 adicionais ($w_n/T_{g(n)}$). A T_g de uma fase polímero também pode ser calculada
 15 usando-se os valores apropriados para as temperaturas de transição vítrea dos
 homopolímeros, que podem ser encontrados, por exemplo, no “Polymer
 Handbook”, editado por J. Brandrup e E. H. Immergut, Interscience
 Publishers. Os valores de T_g reportados aqui são calculados usando-se a
 equação de Fox. Quando se calcula a global T_g de dispersões de polímeros
 20 aquosas apresentando múltiplas distribuições de diâmetros de partículas
 ponderais médios, aplica-se uma T_g de cada porção da dispersão. Mais
 particularmente, uma T_g global de uma dispersão de polímeros poderia ser
 calculada, usando-se a Equação de Fox, com base em todos os monômeros na
 dispersão.

25 Como usado aqui, o termo “dispersão” refere-se a um estado
 físico de matéria que inclui pelo menos duas fases distintas, em que uma
 primeira fase é distribuída em uma segunda fase, em que a segunda fase é um
 meio contínuo. Uma dispersão de polímero aquosa é uma dispersão contendo
 uma primeira fase distribuída em uma segunda fase aquosa que é

predominantemente água e pode conter quantidades menores de líquidos miscíveis em água ou miscíveis em água, como álcoois de alquila inferior, cetonas, ou glicóis.

Descrição detalhada da invenção

5 Em um primeiro aspecto da presente invenção, proporciona-se um produto adesivo de baixo ruído compreendendo uma camada adesiva formada pela secagem de um polímero em emulsão em uma película de poliolefina;

em que o polímero em emulsão compreende:

10 (a) um modo fino compreendendo de 5 a 95% em peso, baseado em um peso total de polímero, de primeiras partículas apresentando um diâmetro ponderal médio inferior ou igual a 250 nanômetros; e

(b) um modo grande compreendendo pelo menos 5% em peso, baseado em um peso total de polímero, em que segundas partículas
15 apresentam um diâmetro ponderal médio acima de 250 nanômetros; e, adicionalmente, em que a T_g global do polímero em emulsão é inferior a -20°C e o polímero em emulsão não compreende uma ou mais aziridinas. Em um segundo aspecto da presente invenção, proporciona-se um processo de preparação de um produto adesivo de baixo ruído compreendendo

20 (a) revestimento de uma superfície tratada de uma película de poliolefina com um polímero em emulsão em que o polímero em emulsão compreende:

(i) um modo fino compreendendo a 5 a 95% em peso, baseado em um peso total de polímero, em que primeiras partículas apresentam um
25 diâmetro ponderal médio inferior ou igual a 250 nanômetros; e

(ii) um modo grande compreendendo pelo menos 5% em peso, baseado em um peso total de polímero, em que segundas partículas apresentam um diâmetro ponderal médio acima de 250 nanômetros; e, adicionalmente, em que a T_g global do polímero em emulsão é inferior a

-20°C e o polímero em emulsão não compreende uma ou mais aziridinas;

(b) secagem do polímero em emulsão sobre a película de poliolefina após revestimento; e

(c) tratamento do lado não revestido da película de poliolefina.

5 Na arte, películas orientadas monoaxialmente e biaxialmente baseadas em polipropileno são usadas em grandes quantidades para fitas adesivas para embalagem, fitas de amarração, e outras fitas adesivas. Películas baseadas em polietileno orientado ou copolímeros orientados contendo unidades etileno e/ou propileno também são conhecidas. Misturas
10 de vários polímeros também podem ser usadas para produzir as películas.

As superfícies das películas são tratadas por meio de técnicas conhecidas. Prefere-se tratamentos de superfície por meio de pré-tratamento com corona, chama, e ou plasma. Uma sinopse das técnicas de tratamento de superfície está contida, por exemplo, no artigo “Surface pretreatment of
15 plastics for adhesive bonding” (A. Kruse, G. Krüger, A. Baalman, e O.-D. Hennemann, *J. Adhesion Sci. Technol.*, vol. 9, nº 12, pp. 1611-1621 (1995). Tipicamente, ambos os lados do produto de fita serão tratados de forma a diminuir a energia de superfície do lado da película sobre o qual o adesivo é revestido (primeiro lado) a um nível compreendendo desde os limites
20 superiores de 47, 45 e 42 dynes até níveis inferiores de 35, 38 e 40 dynes. Todas as faixas de tratamento são inclusivas e combináveis.

O lado não revestido (segundo lado) da fita é tratado tipicamente a uma tensão de superfície de aproximadamente 4 dynes menos do que o primeiro lado revestido. O lado não revestido pode ter a superfície
25 tratada antes do revestimento, diretamente após o revestimento, ou então em uma etapa separada: por exemplo, durante o fatiamento longitudinal e rebobinamento. O tratamento de superfície do lado não revestido ocorre, de preferência, após o revestimento. Prefere-se um pré-tratamento com corona que produz uma tensão superficial, medida empregando-se tintas de teste

comerciais convencionais, compreendendo desde os limites superiores de 43, 41, e 38 dynes até limites inferiores de 31, 34, e 36 dynes. Todas as faixas de tratamento são inclusivas e combináveis. Da mesma forma, é possível um tratamento de superfície por meio de aplicação de chama e/ou plasma.

5 A taxa de aplicação da camada adesiva é de 10 a 45 g/m². Em uma concretização, ajusta-se uma taxa de aplicação de 18 a 35 g/m², preferindo-se particularmente de 18 a 28 g/m².

10 A fita adesiva da invenção pode ser impressa adicionalmente sem a necessidade de um tratamento de superfície adicional, como por meio de descarga corona, durante a operação de impressão. O uso de películas baseadas em poliolefinas, de preferência, poliolefinas orientadas, tem sido, há muito tempo, parte do estado da técnica. Dispersões de polímeros aquosas são conhecidas e são empregadas tanto para fitas adesivas como para adesivos para rótulos, em grandes quantidades. Estas dispersões compreendem

15 tipicamente partículas de polímeros de acrílico que se encontram em distribuição dispersa na fase aquosa da dispersão. Na presente invenção, estas dispersões de polímeros aquosas apresentam múltiplas distribuições de diâmetros médios de partículas, em que uma ou mais partículas apresentam um diâmetro inferior ou igual a 250 nm e uma ou mais partículas apresentam

20 um diâmetro acima de 250 nm. Como usado aqui, partículas com diâmetros médios ponderais inferiores ou iguais a 250 nm são referidas como "partículas pequenas" ou "modo fino". Como usado aqui partículas apresentando um diâmetro ponderal médio acima de 250 nm são referidas como "modo grande".

25 Os polímeros em emulsão da presente invenção compreendem partículas de modo fino compreendendo diâmetros ponderais médios de partículas desde um limite superior de 250 até um limite inferior de 50nm. Tipicamente estes modos pequenos apresentam um diâmetro ponderal médio da partícula na faixa de 100 a 200 nm. Adicionalmente, estas partículas de

modo pequeno estão presentes no polímero em emulsão em faixas desde limites superiores de 100, 50 e 20% em peso de partículas pequenas até um limite inferior de 5% em peso de partículas pequenas.

Adicionalmente, os polímeros em emulsão da presente invenção compreendem partículas de modo grande com diâmetro ponderal médio das partículas superior a 250 nm. Tipicamente estas segundas partículas apresentam um diâmetro ponderal médio da partícula acima de 300 nm.

Dispersões de polímeros aquosas da presente invenção que contêm partículas apresentando distribuições de diâmetros de partículas bimodais podem ser preparadas por meio de vários processos de polimerização em emulsão. Por exemplo, uma dispersão de polímero aquosa apresentando uma distribuição de diâmetros de partículas bimodais pode ser preparada por meio de polimerização de um primeiro modo de partículas de polímero, adicionando-se tensoativo ou partículas de polímero-sementes vantajosas para iniciar um segundo modo de partículas de polímero, e, depois, monômero de polimerização para preparar o segundo modo de partículas de polímero. Os diâmetros do primeiro e segundo modos de partículas de polímero são controlados pelo nível de tensoativo, tipo de tensoativo, número de partículas-sementes, ou outros parâmetros de síntese. Adicionalmente, o polímero multi-modal pode ser preparado por meio de combinação de várias partes unimodais ou multi-modais em conjunto para formar o sistema de polímero global.

A formação do segundo modo de segundas partículas de polímero pode ser auxiliada por meio de adição de polímeros-sementes, tensoativo, miniemulsão, ou agentes ajustadores de pH, como tamponadores. Miniemulsões são bem conhecidas na arte como dispersões óleo-em-água, com diâmetro das gotículas abaixo de 1 micron, que são estáveis durante um período que compreende de horas a meses. No contexto desta invenção, as

gotículas da miniemulsão podem conter monômeros etilicamente insaturados e outros componentes opcionais conforme necessário para proporcionar gotículas estáveis com tamanho de sub-mícron. Estes outros componentes opcionais incluem compostos com solubilidade em água muito baixa e são referidos na arte como co-tensoativos, co-estabilizadores, ou hidrofóbicos. Hidrofóbicos típicos incluem alcanos superiores, como hexadecano, álcoois hidrofóbicos, como álcool de cetila, monômeros muito hidrofóbicos, como metacrilato de estearila, e polímeros. Miniemulsões são formadas tipicamente sob alto cisalhamento por meio do uso de dispositivos de rotor-estator, sonificadores, e homogeneizadores de alta pressão. Miniemulsões são preparadas tipicamente com o uso de tensoativos. Descrição de mini-emulsões e seu uso na polimerização em emulsão pode ser encontrada em “Miniemulsion Polymerization” por J.M. Asua em *Progress in Polymer Science*, vol. 27, pp. 1283-1346 (2002). A dispersão de polímero aquosa contendo modos diferentes de partículas de polímero, em que cada modo apresenta um diâmetro ponderal médio de partículas diferente, é caracterizada como apresentando uma distribuição de diâmetros ponderais médios das partículas apresentando dois ou mais picos. A distribuição ponderal média de diâmetros de partículas é o peso de partículas de polímero apresentando um determinado diâmetro de partículas como uma função do diâmetro das partículas. Cada pico é associado com um modo de partículas de polímero. A distribuição ponderal média de diâmetros de partículas é medida usando-se um aparelho de fracionamento hidrodinâmico capilar, como o aparelho Matec CHDF-2000 (Matec Applied Sciences, MA) com detecção ultravioleta a 200 nm. Padrões de diâmetros ponderais médios de partículas são proporcionados pelo National Institute of Standards and Technology (NIST) padrões de poliestireno rastreáveis de 50 a 800 nm, como fornecido pela Duke Scientific Corporation, CA.

Antes da adição no meio aquoso, os monômeros

etilenicamente insaturados podem ser emulsificados em água com um agente dispersante aniônico ou não-iônico, também referido como um tensoativo, presente em faixas desde limites superiores de 2, 1,5, e 1% até limites inferiores de 0,05, 0,075, e 0,1%. Todas as faixas de agentes dispersantes são inclusivas e combináveis. Combinações de agentes dispersantes aniônicos e não-iônicos também podem ser usadas. Opcionalmente, um tensoativo copolimerizável apresentando pelo menos é possível empregar uma ligação polimerizável etilenicamente insaturada.

Agentes dispersantes aniônicos vantajosos incluem, por exemplo, os sulfatos de álcool graxo superior, como lauril sulfato de sódio; sulfonatos de alquilarila, como sulfonatos de isopropilbenzeno de sódio ou potássio ou sulfonatos de isopropil naftaleno; alquil sulfossuccinatos de alquila superiores de metal alcalino, como octil sulfossuccinato de sódio, N-metil-N-palmitoil laurato de sódio, oleil isotionato de sódio; sais de metal alcalino e sais de amônio of sulfatos de alquilarilpolietoxietanol, sulfonatos, ou fosfatos, como t-octilfenoxipolietoxietil sulfato de sódio apresentando de 1 a 50 unidades oxietileno; sais de metal alcalino e sais de amônio de sulfatos de alquil polietoxietanol, sulfonatos, e fosfatos; e sais de metal alcalino e sais de amônio de sulfatos de aril polietoxietanol, sulfonatos, e fosfatos.

Agentes dispersantes não-iônicos vantajosos incluem alquifenoxipolietoxietanóis apresentando grupos alquila de cerca de 7 a 18 átomos de carbono e de cerca de 6 a cerca de 60 unidades oxietileno, como heptilfenoxipolietoxietanóis, fenoxipolietoxietnóis de metiloctila; derivados de polietoxietanol de alquil-fenóis ligados a metileno; agentes contendo enxofre, como aqueles preparados por meio de condensação de cerca de 6 a 60 moles de óxido de etileno com nonil mercaptano, dodecil mercaptano, ou com alquiltiofenóis em que os grupos alquila contêm de 6 a 16 átomos de carbono; derivados de óxido de etileno de ácidos carboxílicos de cadeia longa, como ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido oléico, ou misturas

de ácidos, como aqueles encontrados em óleo de talol contendo de 6 a 60 unidades oxietileno por molécula; condensados análogos de óxido de etileno de álcoois de cadeia longa, como álcoois de octila, decila, laurila, ou cetila, derivados de óxido de etileno de compostos poli-hidróxi eterificados ou esterificados apresentando uma cadeia hidrocarboneto hidrofóbica, como monoestearato de sorbitol contendo de 6 a 60 unidades oxietileno; seção de copolímeros de blocos de óxido de etileno combinada com uma ou mais seções de óxido de propileno hidrofóbicas. É possível usar misturas de benzenossulfonatos de alquila e alquilfenóis etoxilados.

10 O processo de polimerização em emulsão pode ser do tipo térmico ou redox; ou seja, radicais livres podem ser gerados unicamente por meio de dissociação térmica de uma espécie de iniciador ou é possível usar um sistema redox. Um iniciador de polimerização do tipo de radical livre, como persulfato de amônio ou potássio, pode ser usado sozinho ou como o

15 componente oxidante de um sistema redox, que também inclui um componente redutor, como metabissulfito de potássio, tiosulfato de sódio, ou sulfoxilato de formaldeído de sódio. O componente redutor é freqüentemente referido como um acelerador. O iniciador e acelerador, comumente referido como catalisador, sistema de catalisador, ou sistema redox, podem ser usados

20 numa proporção de cerca de 0,01% ou menos a 3% cada um, com base no peso de monômeros a serem polimerizados. Exemplos de sistemas de catalisador redox incluem hidroperóxido de t-butila/sulfoxilato de formaldeído de sódio/Fe(II) e persulfato de amônio/bissulfato de sódio/hidrossulfito de sódio/Fe(II). Outros iniciadores vantajosos incluem

25 compostos azo. A temperatura de polimerização pode ser de 10°C a 90°C, ou mais, e pode ser otimizada para o sistema de catalisador empregado, como é convencional. Polimerização em emulsão pode ser semeada ou não-semeada.

Uma emulsão de monômero contendo todos ou alguma porção dos monômeros a serem polimerizados pode ser preparada usando-se os

monômeros, água, e tensoativos. Uma solução de catalisador contendo catalisador em água pode ser preparada separadamente. A emulsão de monômero e solução de catalisador pode ser co-alimentada no vaso de polimerização durante o curso da polimerização em emulsão. O vaso de reação também pode conter adicionalmente emulsão de semente e pode conter adicionalmente uma carga inicial do catalisador de polimerização. A temperatura do vaso de reação durante a polimerização em emulsão pode ser controlada por meio de resfriamento para remover calor gerado por meio de reação de polimerização ou por meio de aquecimento do vaso de reação. O pH do conteúdo do vaso de reação também pode ser alterada durante o curso do processo de polimerização em emulsão. Adicionalmente, a emulsão pode conter plastificantes adicionais, promotores de pegajosidade, reticuladores, sais de íon metálico multivalente, anti-espumantes, espessantes, modificadores de reologia, pigmentos, e agentes umectantes.

15 Monômeros etilenicamente insaturados vantajosos para uso no processo da presente invenção, ou para preparação das primeiras partículas de polímero, incluem monômeros, como estireno, butadieno, vinil tolueno, vinil naftaleno, etileno, propileno, acetato de vinila, versatato de vinila, cloreto de vinila, cloreto de vinilideno, acrilonitrila, metacrilonitrila, (met)acrilamida, 20 vários ésteres de alquila C₁-C₄₀ de ácido (met)acrílico; por exemplo, (met)acrilato de metila, (met)acrilato de etila, (met)acrilato de n-butila, (met)acrilato de 2-etilexila, (met)acrilato de ciclo-hexila, (met)acrilato de n-octila, (met)acrilato de n-decila, (met)acrilato de n-dodecila, (met)acrilato de tetradecila, (met)acrilato de laurila, (met)acrilato de oleíla, (met)acrilato de palmitila, e (met)acrilato de estearila; (met)acrilatos outros, como (met)acrilato de isobornila, (met)acrilato de benzila, (met)acrilato de fenila, e (met)acrilato de 2-bromoetila, (met)acrilato de alcoxialquila, como (met)acrilato de etoxietila, ésteres plenos de ácidos di- e tricarboxílicos etilenicamente insaturados e anidridos, como maleato de etila, fumarato de

dimetila, e itaconato de etil metila. Outros monômeros vantajosos são monômeros aniônicos, o que inclui monômeros contendo ácido carboxílico, como (met) acrílico ACID, ácido itacônico, ácido fumárico, e ácido maleico; monômeros contendo ácido fosfórico são monômeros de fosfato de di-
5 hidrogênio, que incluem (met)acrilato de 2-fosfoetila, (met)acrilato de 2-fosfopropila, (met)acrilato de 3-fosfopropila, e (met)acrilato de 3-fosfo-2-hidroxipropila; monômeros contendo ácido sulfúrico, como ácido vinil sulfônico e ácido estireno sulfônico. Monômeros iônicos também incluem sais dos monômeros aniônicos, como sais de amônio, sódio ou potássio. Ainda
10 outros monômeros vantajosos incluem monômeros multi-etilenicamente insaturados, que são eficazes para elevar o peso molecular e reticulação das partículas de polímero.

Exemplos de monômeros multi-etilenicamente insaturados incluem (met)acrilato de alila, di(met)acrilato de tripropileno glicol,
15 di(met)acrilato de dietileno glicol, di(met)acrilato de etileno glicol, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de 1,3-butileno glicol, di(met)acrilato de polialquileno glicol, ftalato de dialila, tri(met)acrilato de trimetilolpropano, divinilbenzeno, diviniltolueno, trivinilbenzeno, e divinil naftaleno.

20 O teor de monômero ácido na presente invenção compreende desde limites superiores de 5, 3, e 2,5% em peso a 0,25, 0,5, e 1% em peso. Um exemplo de monômero ácido é ácido (met)acrílico. Em um exemplo, usa-se dispersões acrílicas contendo de 1 a 2,5% de unidades de ácido (met)acrílico e 99,5 a 90%, preferindo-se particularmente de 99 a 97,5%, de
25 unidades de acrilato de n-butila ou acrilato de 2-etilexila e qualquer combinação dos mesmos. Outro exemplo de dispersões acrílicas da invenção são dispersões acrílicas contendo de 80 a 90% de unidades de acrilato de 2-etilexila e de 8 a 20% de unidades de acrilato de n-butila.

As dispersões acrílicas também podem compreender unidades

de monômeros adicionais por meio das quais é possível, por exemplo, controlar a temperatura de transição vítrea e a capacidade de reticulação. Exemplos incluem acrilato de metila, acrilato de etila, anidrido maleico, acrilamida, metacrilato de glicidila, acrilato de isopropila, acrilato de n-propila, acrilato de isobutila, acrilato de n-octila, e os metacrilatos correspondentes a estes acrilatos. As dispersões acrílicas contêm normalmente de 0 a 10% destas unidades de monômero adicionais; em que, ou se usa apenas uma unidade de monômero adicional, ou se usa misturas dos mesmos.

Se desejado, a dispersão da presente invenção pode incluir aditivos adicionais, como cargas, por exemplo, ou agentes de reticulação. No entanto, embora outras dispersões contenham pequenas quantidades de compostos de aziridina, como etilenoimina e propilenoimina para atuar como um agente de reticulação, verificou-se que os adesivos da presente invenção apresentam bom desempenho de baixo ruído sem a adição destes materiais tóxicos.

A temperatura de transição vítrea obtida depende dos monômeros usados. As dispersões acrílicas usadas para os adesivos da invenção apresentam temperaturas de transição vítrea no estado seco compreendendo desde os limites superiores de -20, -30 e -40°C até limites inferiores de -80, -70 e -60°C. Todas as faixas de temperaturas de transição vítrea são inclusivas e combináveis.

O teor preferido de sólidos das dispersões acrílicas compreende desde limites superiores de 70, 65, e 62% em peso até limites inferiores de 56, 58, e 60% em peso. Todas as faixas de teores de sólidos são inclusivas e combináveis.

As fitas adesivas da presente invenção podem ser produzidas por meio de métodos conhecidos. Uma sinopse de métodos de produção usuais pode ser encontrada, por exemplo, em "Coating Equipment", Donatas Satas no Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology, segunda

edição, editado por Donatas Satas, Van Nostrand Reinhold New York, pp. 767-808. De maneira análoga, os métodos de secagem e fatiamento longitudinal das fitas adesivas podem ser encontrados no Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology, pp. 809-874.

5 O revestimento das películas com adesivos de dispersão é realizado, de preferência, usando-se sistemas de raspador de fio de forma a proporcionar a desejada taxa de aplicação. A secagem subsequente da película revestida ocorre, em particular, em um túnel de secagem operado com ar quente. Em princípio, também é possível secagem adicional por meio de lâmpadas infravermelhas. As distribuições preferidas de diâmetros de partículas ponderais médios da invenção permitem níveis incrementados de sólidos relativamente a polímeros previamente "de baixo ruído" enquanto se conserva viscosidade manuseável. Este incremento do níveis de sólidos permite secagem mais rápida do adesivo resultando em custos reduzidos de energia no processo de preparação da fita e/ou maior produtividade do revestidor.

15 O mais possível, os rolos de fia adesiva precisam ser enrolados com tensão uniforme e pressão aplicada uniformemente. Otimização do embobinamento depende do equipamento usado e é conhecida pela pessoa versada na arte. As condições durante o embobinamento deveriam ser ajustadas de tal forma a proporcionar suficiente desenrolamento silencioso do rolo de fita adesiva.

20 Por meio da presente invenção, detalhada acima, é possível superar as conhecidas fraquezas das fitas adesivas conhecidas com forro de poliolefina e dispersão aquosa. Adicionalmente, as fitas adesivas da invenção podem se impressas com tintas de impressão comercialmente usuais, com a vantagem substancial sobre fitas adesivas conhecidas com forro de poliolefina e adesivo à base de dispersão acrílica, que as fitas adesivas da invenção podem se impressas sem adição de ativação de superfície durante impressão.

Isto simplifica significativamente a operação de impressão.

Exemplos

Método de teste

Prepara-se rolos de fita que, então, são envelhecidos durante 1
5 semana a 50°C. As fitas são removidas da estufa e, depois, equilibradas em
um recinto com condições ambientais que é ajustado em 23°C e 50% de
umidade relativa. Após pelo menos 24 horas de equilíbrio, mediu-se então o
ruído nestas condições colocando-se o medidor de nível de som comercial
padrão de Bruel & Kjaer (type 2226) a 8 cm da fita à medida que ela é
10 desenrolada. Uma fita era considerada como sendo de baixo ruído se o nível
de decibéis fosse abaixo de 100 decibéis a 60 m/min.

Exemplos de síntese de baixo ruído

Exemplos Comparativos Unimodais Grandes de C1 a C15

678 g de água deionizada são carregados em um reator de
15 vidro de 5 litros equipado com agitador e controle de temperatura. Forma-se
uma pré-emulsão de monômero por meio de misturação de monômeros
listados na Tabela 1 com 443,7 g de água deionizada, e 30 g de uma solução
aquosa a 23% de dodecilbenzeno sulfonato de sódio. O conteúdo do reator é
aquecido a 90°C e adiciona-se no reator 137 g de um látex com teor de sólidos
20 de 25,4% apresentando um diâmetro ponderal médio da partícula de 100 nm,
10 g de persulfato de amônio em 48 g de água deionizada, e 1 grama de
carbonato de sódio em 31 g de água deionizada. Adiciona-se então uma pré-
emulsão de monômero e uma alimentação separada de 3,7 g de persulfato de
amônio em 558,4 g de água deionizada no reator ao longo de 3 horas
25 enquanto o conteúdo do reator é mantido a 85°C. Após completamento da
adição da pré-emulsão de monômero no reator adiciona-se no reator 0,008 g
de heptaidrato de sulfato ferroso e 0,008 g de EDTA tetrassódico em 13 g de
água deionizada, o conteúdo do reator é resfriado lentamente, e monômeros
não-polimerizados são reduzidos por meio da adição gradual de 4,2 g

hidroperóxido de t-butila aquoso a 70% em 48 g de água deionizada e 2,3 g de formaldeído de sulfoxilato de sódio em 58 g de água deionizada. Adiciona-se então 8,7 g de amônia aquosa a 28% em 13 g de água deionizada para elevar o pH da emulsão. As emulsões finais apresentam aproximadamente 53% de sólidos e um diâmetro ponderal médio da partícula de 400 nm.

Exemplos de 1 a 15 compreendendo partículas com diâmetro < 250 nm

478 gramas de água deionizada são carregados em um reator de vidro de 5 litros equipado com agitação e controle de temperatura. Forma-se uma pré-emulsão de monômero por meio de misturação de monômeros listados na Tabela 1 com 343,7 gramas de água deionizada, e 30 gramas de uma solução aquosa a 23% de dodecilbenzeno sulfonato de sódio. O conteúdo do reator é aquecido a 90°C e 61,8 gramas de látex com teor de sólidos de 25,4% apresentando um diâmetro ponderal médio da partícula de 100 nm, 10 gramas persulfato de amônio em 48 gramas de água deionizada, e adiciona-se no reator 1 grama de carbonato de sódio em 31 gramas de água deionizada. Adiciona-se então uma pré-emulsão de monômero e uma alimentação separada de 3,7 gramas persulfato de amônio em 238,7 gramas de água deionizada no reator ao longo de 3 horas enquanto o conteúdo do reator é mantido a 85°C. Quando se adicionou 45% da pré-emulsão de monômero no reator, adiciona-se no reator 80,9 gramas de um látex com teor de 27,8% de sólidos apresentando um diâmetro ponderal médio da partícula de 80 nm. Após completamento da adição da pré-emulsão de monômero no reator 0,008 gramas de heptaidrato de sulfato ferroso e 0,008 gramas de EDTA de tetrassódio em 13 gramas de água deionizada, o conteúdo do reator é resfriado lentamente, e monômeros não-polimerizados são reduzidos por meio da adição gradual de 4,2 gramas hidroperóxido de t-butila aquoso a 70% em 48 gramas de água deionizada e 2,3 gramas formaldeído de sulfoxilato de sódio em 58 gramas de água deionizada. Adiciona-se então 8,7 gramas de amônia aquosa a 28% em 13 gramas de água deionizada para elevar o pH da emulsão.

As emulsões finais apresentam aproximadamente 61,8% de sólidos. Aproximadamente de 8 a 12% em peso do polímero total nas emulsões está presente em partículas com um diâmetro ponderal médio de 110 a 150 nm, em que o restante do polímero está presente em partículas com um diâmetro ponderal médio de 450 a 500 nm.

Tabela 1

EXEMPLO	MONÔMEROS
C1, 1	2202,9 BA / 26,8 AA
C2, 2	2196,3 BA / 334 AA
C3, 3	1638,8 BA / 557,4 2-EHA / 33,4 AA
C4, 4	1304,4 BA / 891,9 2-EHA / 33,4 AA
C5, 5	1192,9 BA / 891,9 2-EHA / 111,5 MMA / 33,4 AA
C6, 6	2187,3 BA / 42,4 AA
C7, 7	2196,3 BA / 33,4 MAA
C8, 8	2189,6 BA / 40,1 MAA
C9, 9	1632,1 BA / 557,4 2-EHA / 40,1 MAA
010, 10	1297,7 BA / 891,9 2-EHA / 40,1 MAA
C11, 11	1186,2 BA / 891,9 2-EHA / 111,5 MMA / 40,1 MAA
C12, 12	2178,4 BA / 51,3 MAA
C13, 13	2191,8 BA / 15,6 MAA / 22,3 AA
C14, 14	2196,3 BA / 22,3 MAA / 11,1 AA
C15, 15	2194,0 BA / 29,0 MAA / 6,7 AA

Exemplos Comparativos de C1 a C15 e Exemplos de 1 a 15 são usados para preparar fita de adesivo por meio do método a seguir. Usando um revestidor tipo *pan-fed* equipado com uma haste redonda para controle do peso do revestimento, Lado A de um rolo com espessura de 30 microns de película de polipropileno orientada biaxialmente que fora tratado com chama no Lado A até uma energia de superfície de 40 a 42 dynes é revestido no Lado A com polímero em emulsão para proporcionar um peso do revestimento de aproximadamente 21 gramas / metro quadrado de adesivo seco. O adesivo é secado a aproximadamente de 0,25 a 0,5 em peso de água, com base no peso de adesivo, e embobinado sobre um rolo. A fita é então desenrolada do rolo, Lado B da película é tratado com corona a uma superfície de energia de aproximadamente 36 dynes, a fita é cortada longitudinalmente em larguras de

5 cm e rebobinada formando rolos com 5 cm de largura por 50 metros de comprimento sobre núcleos de papelão com 7,6 cm de diâmetro.

5 As fitas com 5 cm de largura são submetidas a testes de ruído tanto quando foram recém-fabricadas, como após 30 dias de armazenamento à temperatura ambiente. Em média, fitas fabricadas usando-se os Exemplos de 1 a 15 são mais silenciosas do que os Exemplos Comparativos de C1 a C15 da mesma composição.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto adesivo de baixo ruído, caracterizado pelo fato de que compreende uma camada adesiva formada pela secagem de um polímero em emulsão em uma película de poliolefina;

5 em que o polímero em emulsão compreende:

(a) um modo fino compreendendo de 5 a 95% em peso, baseado em um peso total de polímero, de primeiras partículas apresentando um diâmetro ponderal médio inferior ou igual a 250 nanômetros, e

10 (b) um modo grande compreendendo pelo menos 5% em peso, baseado em um peso total de polímero, em que segundas partículas apresentam um diâmetro ponderal médio acima de 250 nanômetros; e, adicionalmente, em que a T_g global do polímero em emulsão é inferior a -20°C e o polímero em emulsão não compreende uma ou mais aziridinas.

15 2. Produto de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que o diâmetro ponderal médio do modo fino é inferior a ou igual a 200 nanômetros.

3. Produto de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que o polímero em emulsão compreende de 5 a 50% em peso, baseado em um peso total de polímero, das primeiras partículas.

20 4. Produto de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que o polímero em emulsão é bimodal.

5. Produto de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que a película é polipropileno orientado biaxialmente.

25 6. Processo de preparação de um produto adesivo de baixo ruído, caracterizado pelo fato de que compreende

(a) revestimento de uma superfície tratada de uma película de poliolefina com um polímero em emulsão em que o polímero em emulsão compreende

(i) um modo fino compreendendo de 5 a 95% em peso,

baseado em um peso total de polímero, em que primeiras partículas apresentam um diâmetro ponderal médio inferior ou igual a 250 nanômetros; e

5 (ii) um modo grande compreendendo pelo menos 5% em peso, baseado em um peso total de polímero, em que segundas partículas apresentam um diâmetro ponderal médio acima de 250 nanômetros; e, adicionalmente, em que a T_g global do polímero em emulsão é inferior a -20°C e o polímero em emulsão não compreende um ou mais aziridinas;

10 (b) secagem do polímero em emulsão sobre a película de poliolefina após revestimento; e

(c) tratamento do lado não revestido da película de poliolefina.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o teor de sólidos do polímero em emulsão é maior do que 56 por cento em peso.

15 8. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o diâmetro ponderal médio das partículas de modo pequeno é inferior a 200 nanômetros.

9. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o polímero em emulsão é bimodal.

20 10. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a película é polipropileno orientado biaxialmente.

RESUMO

“PRODUTO ADESIVO DE BAIXO RUÍDO E PROCESSO DE PREPARAÇÃO DO MESMO”

5 Divulga-se um produto adesivo de baixo ruído e um processo para preparação do mesmo. Este produto adesivo é útil como fita de embalagem.