



**República Federativa do Brasil**

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,  
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 102018011004-7 B1**

**(22) Data do Depósito:** 30/05/2018

**(45) Data de Concessão:** 14/02/2023

**(54) Título:** PROCESSO PARA PREPARAR UM REVESTIMENTO, E, ARTIGO

**(51) Int.Cl.:** C08J 3/05; C08L 33/02; D21H 17/37; D21H 17/00; D21H 19/12; (...).

**(52) CPC:** C08J 3/05; C08L 33/02; D21H 17/37; D21H 17/375; D21H 17/74; (...).

**(30) Prioridade Unionista:** 15/06/2017 US 62/520,073.

**(73) Titular(es):** DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC.

**(72) Inventor(es):** JOSHUA M. KATZENSTEIN; JAY D. ROMICK.

**(57) Resumo:** A presente invenção se refere a um artigo e um método para sua preparação; o artigo compreende uma película polimérica curada que se sobrepõe a papel ou papelão. A película polimérica compreende: a) um polímero-base que compreende unidades estruturais de etileno e um C1-C12-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno e o C1 C12-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50; e b) um dispersante que é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C, e a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 75:25; em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada; e em que a soma do dispersante e o polímero-base compreende de 10 a 100 por cento do peso de película curada. O artigo da presente invenção é útil como uma barreira para uma ampla faixa de materiais hidrofóbicos e hidrofílicos.

“PROCESSO PARA PREPARAR UM REVESTIMENTO, E, ARTIGO”  
ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção refere-se a um artigo que compreende papel revestido com uma dispersão aquosa de partículas de poliolefinas bem como papel revestido com uma película de poliolefina que surge a partir dessa dispersão.

[002] Revestimento de papel ou papelão para uso em uma faixa de aplicações é conhecido por fornecer barreiras para uma ampla faixa de substâncias que incluem água, óleo e ácidos. Tipicamente, revestimentos de alto desempenho, tais como aqueles usados para copos para beber de papel, são preparados por revestimento ou laminação por extrusão de uma resina de poliolefina fundida diretamente no papel. Esse processo fornece cobertura contínua sobre o substrato e previne que o líquido colocado no copo ou contamine o papel ou seja absorvido completamente, o que, desse modo, causa falha estrutural do artigo. Apesar das excelentes propriedades de barreira desses revestimentos por extrusão, no entanto, limitações em estado dos métodos de extrusão exigem uma camada de revestimento que é muito mais espessa que o necessário para alcançar as propriedades de barreira desejadas; portanto, poliolefina é desperdiçada. Presentemente, revestimentos produzidos por extrusão têm um peso de revestimento de pelo menos 15 g/m<sup>2</sup>, quando um peso de revestimento significativamente inferior é suficiente.

[003] Revestimentos de barreira aplicados contra líquido para papel e papelão foram descritos na técnica. Por exemplo, o Pedido nº US 2006/0063877 descreve uma dispersão aquosa de um copolímero de olefina que é útil em aplicações de revestimento de papel para melhorar brilho. O Pedido nº US 2016/0145806 revela a copolímero de etileno-ácido (met)acrílico para uso como uma camada repelente de água. Entretanto, a invenção exige camadas separadas para alcançar uma ampla faixa de barreiras para materiais hidrofóbicos e hidrofílicos.

[004] Consequentemente, seria um avanço na técnica de papel ou papelão revestido reduzir a quantidade de uma camada de barreira polimérica aplicada ao substrato sem afetar negativamente o desempenho.

### SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[005] A presente invenção aborda uma necessidade fornecendo-se, em um aspecto, um processo para preparar um revestimento de camada única onifóbico em papel ou papelão que compreende as etapas de:

a) aplicar em papel ou papelão uma composição que compreende água, um dispersante, um polímero-base e um agente neutralizante; e

b) aquecer a composição para produzir uma película curada que tem uma densidade de peso de revestimento na faixa de 1 a 20 g/m<sup>2</sup>;

em que a soma do dispersante e o polímero-base compreende de 10 a 100 por cento do peso de película curada; em que

o dispersante é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C; em que a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 70:30; e em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada;

o polímero-base compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno para o C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50;

em que o agente neutralizante é amônia ou uma base orgânica que tem um ponto de ebulição de menos que 250 °C; em que a concentração do agente neutralizante é suficiente para neutralizar pelo menos metade dos grupos de ácido carboxílico associados ao dispersante.

[006] Em um segundo aspecto, a presente invenção é um artigo que compreende de 1 a 12 g/m<sup>2</sup> de uma película polimérica curada que se sobrepõe a papel ou papelão, em que a película polimérica compreende:

a) um polímero-base que compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno para o C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50; e

b) um dispersante que é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C, e a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 70:30;

em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada; e em que a soma do dispersante e o polímero-base compreende de 10 a 100 por cento do peso de película curada.

[007] A presente invenção fornece uma maneira de preparar um papel ou papelão revestido com um revestimento relativamente fino de uma camada de barreira onifóbica que mantém resistência à mancha a uma ampla variedade de substâncias

#### DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[008] Em um primeiro aspecto, a presente invenção é um processo para preparar um revestimento de camada única onifóbico em papel ou papelão que compreende as etapas de:

a) aplicar em papel ou papelão uma composição que compreende água, um dispersante, um polímero-base e um agente neutralizante; e

b) aquecer a composição para produzir uma película curada que tem uma densidade de peso de revestimento na faixa de 1 a 20 g/m<sup>2</sup>;

em que o dispersante e a soma do polímero-base compreendem de 10 a 100 por cento do peso de película curada; em que

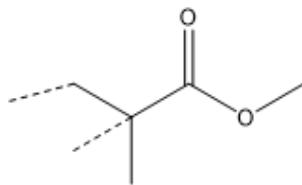
o dispersante é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C; em que a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 70:30; e em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada;

o polímero-base compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno e do C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50;

em que o agente neutralizante é amônia ou uma base orgânica que tem um ponto de ebulição de menos que 250 °C; em que a concentração do agente neutralizante é suficiente para neutralizar pelo menos metade dos grupos de ácido carboxílico associados ao dispersante.

[009] A composição, que é uma dispersão aquosa que compreende o dispersante, o polímero-base, e o agente neutralizante pode ser preparada por um processo contínuo ou em batelada. Um exemplo de um processo contínuo preferencial é extrusão com parafuso de rosca dupla, conforme descrito no documento nº U.S. 8.722.787, Exemplo Comparativo E. Um processo em batelada pode ser realizado, por exemplo, com a utilização de um misturador Helicone 2CV, que é um misturador em batelada cônico que usa lâminas cônicas de entrosamento duplo para misturar materiais de alta viscosidade. A concentração de polímeros na dispersão aquosa está, preferencialmente, na faixa de 20, mais preferencialmente, de 25 e, com máxima preferência, de 30 por cento em peso a, preferencialmente, 50 e, mais preferencialmente, a 45 por cento em peso, com base na concentração de água e nos polímeros.

[0010] O dispersante é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, tais como ácido acrílico, ácido metacrílico ou ácido itacônico. Conforme usado no presente documento, o termo “unidade estrutural” do monômero nomeado se refere ao remanescente do monômero após a polimerização. Por exemplo, uma unidade estrutural de metacrilato de metila é conforme ilustrado:



unidade estrutural de metacrilato de metila

em que as linhas pontilhadas representam os pontos de fixação da unidade estrutural ao polímero de base.

[0011] O copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C (de acordo com ASTM D1238) e a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5, preferencialmente, de 90:10 e, mais preferencialmente, de 85:15 por cento em peso; para 70:30 e, preferencialmente, para 75:25 por cento em peso, com base no peso do dispersante. A concentração do dispersante está, preferencialmente, na faixa de 10, mais preferencialmente, de 15 por cento em peso a, preferencialmente, a 40, mais preferencialmente, a 30 por cento em peso, com base no peso da película curada. Exemplos de dispersantes comercialmente disponíveis adequados incluem Copolímero PRIMACOR™ 5980i e Copolímero NUCREL™ 2806 (Uma marca registrada de Dow Chemical Company ou seus afiliados).

[0012] O polímero-base é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno para o C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2, preferencialmente, de

99,7:0,3; e, mais preferencialmente, de 99,6:0,4; para 50:50, mais preferencialmente, para 60:40; e, com máxima preferência, para 65:35. Polímeros-base preferenciais incluem acrilato de etileno-co-metila; acrilato de etileno-co-etila; e acrilato de etileno-co-butila. A concentração de polímero-base na composição é suficiente para formar uma película curada com um valor de Cobb de menos que  $10 \text{ g/m}^2$  e contaminação de óleo de menos que 10 por cento, preferencialmente, menos que 5 por cento, mais preferencialmente, 0 por cento. Preferencialmente, a concentração do polímero-base está, com preferência, na faixa de 1, mais preferencialmente, de 2, a 90, mais preferencialmente, a 80 e, com máxima preferência, a 75 em peso por cento, com base no peso da película curada. Exemplos comerciais de polímeros-base incluem: Polímero funcional AMPLIFY™ EA103, Copolímero de acrilato de butila de etileno ELVALOY™ AC34035; e Copolímero de acrilato de metila de etileno AC1609. (AMPLIFY e ELVALOY são marcas registradas de Dow Chemical Company ou seus afiliados.)

[0013] O agente neutralizante é uma base orgânica que tem um ponto de ebulição de menos que  $250^\circ\text{C}$ , preferencialmente, amônia ou uma amina; exemplos de aminas adequadas tais como N,N-dimetiletanolamina, dietilamina e morfolina. A concentração de agente neutralizante é suficientemente alta para neutralizar pelo menos metade dos grupos de ácido carboxílico no dispersante. Por exemplo, se o dispersante compreende 0,05 mol de grupos de ácido carboxílico, pelo menos 0,025 mol de uma amina, tal como N,N-dimetiletanolamina seria exigida. Dessa forma, a razão de funcionalidade de base no agente neutralizante, preferencialmente, grupos de amina ou amônia, para grupos de ácido carboxílico no dispersante é pelo menos 0,5:1. Preferencialmente, a razão está na faixa de 0,7:1, mais preferencialmente, de 0,9:1 e, mais preferencialmente, de 1,1:1 para, preferencialmente, 3:1, e, mais preferencialmente, para 2,5:1.

[0014] A composição pode compreender outros componentes que incluem agentes de acoplamento poliméricos para melhorar a compatibilidade entre o dispersante e o polímero-base. Um exemplo de um agente de acoplamento adequado inclui anidrido de etileno-co-maleico, que, quando usado, está presente em uma concentração na faixa de 5 por cento em peso a 20, mais preferencialmente, a 10 por cento em peso com base no peso da película curada.

[0015] A composição pode compreender, adicionalmente, copolímeros de etileno-co-alqueno não funcionalizados, tais como copolímeros de etileno-co-octeno ou etileno-co-hexeno. Esses copolímeros não funcionalizados podem ser usados em uma concentração de até 85 por cento em peso, com base no peso da película curada.

[0016] A composição também pode compreender até 5 por cento em peso, com base no peso da película curada, de uma cera, tais como etileno bis(estearamida) e ceras de poliolefina, tais como o Polietileno Polywax 655 comercialmente disponível.

[0017] A composição pode ser aplicada em papel ou papelão com a utilização de uma barra de extração de enrolamento a fio. A película úmida pode, então, ser aquecida para remover água, preferencialmente, a uma temperatura na faixa de 50 °C, mais preferencialmente, de 70 °C a, preferencialmente, 150 °C, mais preferencialmente, 120 °C para fornecer uma densidade de peso de revestimento de 1, preferencialmente, de 2, mais preferencialmente, de 4 e, com máxima preferência, de 6 g/m<sup>2</sup>, a 20, preferencialmente, a 15, mais preferencialmente, a 12 e, com máxima preferência, 10 g/m<sup>2</sup>. É desejável, na prática, remover tanto quanto possível do agente neutralizante durante o processo de aquecimento (cura). O papel ou papelão pode não ser revestido, ou pré-revestido para criar uma superfície lisa.



[0018] Foi descoberto que uma camada muito fina de uma película com baixa absorção de água e alta resistência a óleo (uma película onifóbica) pode ser revestida em papel ou papelão; ademais, a aplicação pode ser feita em uma única passagem pelo fato de que as propriedades onifóbicas estarem presentes em polímero-base e o dispersante na composição aquosa aplicada. Descobriu-se surpreendentemente que até uma concentração baixa de funcionalidade de acrilato ou metacrilato no polímero-base resulta na diferença entre uma camada onifóbica eficaz e uma camada ineficaz.

### EXEMPLOS

#### PREPARAÇÃO DE AMOSTRA

[0019] Formulações de revestimento foram preparadas diluindo-se composições de dispersão de poliolefina à formulação de sólidos desejada com a utilização de 0,3% em peso de N,N-dimetiletanolamina em água deionizada. O substrato foi 203 g/m<sup>2</sup> de papelão de sulfato branqueado sólido (SBS) não revestido. Revestimentos de amostras de papel e papelão foram preparados com a utilização de um revestidor automático Elcometer 4340 Aplicador de Película Motorizado com uma barra de extração de enrolamento a fio #10, #12 ou #30. As amostras foram curadas em um forno FA Forno 180L Fisher Scientific Isotemp tanto em 80 °C como 110 °C por 2 min.

#### MEDIÇÕES DE PESO DE REVESTIMENTO

[0020] O peso de revestimento de amostras foi medido cortando-se seções de 46,26 cm<sup>2</sup> (7,17 pol<sup>2</sup>) de papel revestido e não revestido, então, colocando-se as seções em um forno a 80 °C por 2 min. Todas as amostras foram, então, pesadas e o peso de revestimento foi determinado pela diferença entre as amostras revestidas e não revestidas.

#### MEDIÇÕES DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

[0021] A testagem de absorção de água foi desempenhada em uma versão modificada de método TAPPI T441 “Capacidade de absorção de água de papel, papelão e painel de fibra dimensionados (não biliosos) (teste de

Cobb).” Amostras de papel ou papelão revestido foram preparadas com a utilização do método acima e, então, cortadas em amostras redondas de 25 cm<sup>2</sup> com a utilização de um molde circular e pressão pneumática. Uma amostra redonda foi colocada em um forno a 80 °C por 2 min, então, removida e pesada, então, colocada em uma esteira de borracha; um anel de metal circular foi afixado no topo da amostra redonda e preso para evitar vazamento de água. Água a 90 °C foi, então, derramada sobre a amostra a uma altura de 1 cm (25 ml de líquido de teste) e deixada para descansar por 2 min. No final do período de teste, o líquido de teste foi derramado e a amostra revestida foi colocada entre duas folhas de papel mata-borrão. Um rolo de metal de 10 kg foi passado sobre a amostra duas vezes. Finalmente, a amostra foi pesada e a absorção de água foi calculada com base na diferença em massa entre a amostra exposta e não exposta.

#### MEDIÇÕES DE RESISTÊNCIA A ÓLEO E GRAXA

[0022] Resistência a óleo e graxa de revestimentos foi desempenhada com a utilização de um método de teste Ralston Purina 2 modificado. O papel ou papelão revestido foi cortado em uma amostra de teste 12,9 x 12,9 cm<sup>2</sup> (2” x 2” quadrada) e pesado. A amostra de teste foi colocada em uma folha de papel quadriculado padrão com uma grade de 6,35 mm (¼”), papel o qual foi fixado em uma folha de metal. Duas voltas de flanela de algodão de 2,54 cm (1”) saturadas com óleo vegetal foram colocadas no centro do papel ou papelão revestido. As voltas foram retidas no lugar por um peso de bronze com um diâmetro e um comprimento de 2,54 cm (1 polegada). As amostras de papel e papelão revestidos costadas às mesmas dimensões também foram colocadas na folha de metal para medir perda de água pelo substrato de papel durante envelhecimento a quente subsequente. As amostras foram envelhecidas a quente em um forno a 60 °C por 24 h, após cada momento em que as amostras foram deixadas para resfriar em temperatura ambiente. O peso e as voltas de algodão foram removidos e óleo em excesso foi secado

com uma toalha de papel. Finalmente, as amostras foram pesadas e a absorção de óleo (em g/m<sup>2</sup>) foi calculada com base na diferença de massa que corrige perda de água; o papel quadriculado foi examinado para determinar a percentagem dos quadrados contaminados pela falha de bloqueio de óleo.

[0023] Nos exemplos e no exemplo comparativo a seguir, EA103 se refere a Polímero funcional AMPLIFY™ EA103; 5980i se refere a Copolímero PRIMACOR™ 5980i; DMEA se refere a dimetiletanolamina; MA-co-PE se refere à cera de polietileno enxertada com anidrido maleico Licocene 431; 8401 se refere a Elastômero de poliolefina ENGAGE™ 8401; 8402 se refere a Elastômero de poliolefina ENGAGE™ 8402; AC34035 se refere a Copolímero de acrilato de butila de etileno ELVALOY™ AC34035; AC1609 se refere a Copolímero de acrilato de metila de etileno ELVALOY™ AC1609. (ENGAGE e ELVALOY são marcas registradas de Dow Chemical Company ou seus afiliados.)

#### EXEMPLO 1 - PREPARAÇÃO DE UMA DISPERSÃO AQUOSA DE UM POLÍMERO-BASE E UM DISPERSANTE EM UMA RAZÃO P/P 75:25

[0024] A câmara de fundição de um misturador Helicone 2CV foi pré-aquecida a 90 °C e, então, carregada com EA103 (60,03 g) e 5980i (20,02 g), para uma composição de mistura de 75,0% de EA103 e 25,0% de 5980. Água deionizada (22,54 ml) e de DMEA (11,46 ml, 200% de neutralização) também foram pré-carregados com a utilização de uma bomba de seringa ISCO. Os componentes na câmara de fundição foram aquecidos a 152 °C, temperatura na qual o misturador foi iniciado; a velocidade de mistura inicial foi mantida em 43 rpm por 5 minutos, então, elevada a 98 rpm pelo restante da execução. O material foi branco e uniforme após 30 min de mistura. Água de diluição foi adicionada com uma bomba ISCO na taxa de 1 ml/min por 30 min, então, 1,5 ml/min por 55 min. Após a diluição ser concluída, o misturador foi desligado e o conteúdo foi resfriado. Uma vez que a temperatura do conteúdo alcançou 91,5 °C, a pressão na câmara foi

lentamente ventilada. A válvula de guilhotina foi aberta e o material foi coletado (206,3 g, 91,6% de recuperação) e filtrado antes do uso.

EXEMPLO 2 - PREPARAÇÃO DE UMA DISPERSÃO AQUOSA DE POLÍMERO-BASE, DISPERSANTE E AGENTE DE ACOPLAMENTO POLIMÉRICO EM UMA RAZÃO P/P/P DE 65:25:10

[0025] A câmara de fundição de um misturador Helicone 2CV foi pré-aquecida a 90 °C e, então, carregada com EA103 (51,99 g), agente de acoplamento polimérico (8,00 g) MA-co-PE e 5980i (20,02 g), para uma composição de mistura de 65,0% de EA103, 10,0% de MA-co-PE e 25,0% de 5980i. Água deionizada (22,83 ml) e DMEA (12,71 ml, 200% de neutralização) também foram pré-carregados com a utilização de uma bomba de seringa ISCO. Os componentes na câmara de fundição foram aquecidos a 143 °C, temperatura na qual o misturador foi iniciado; a velocidade de mistura inicial foi mantida em 43 rpm por 5 minutos, então, elevada a 98 rpm pelo restante da execução. O material foi branco e uniforme após 30 min de mistura. Água de diluição foi adicionada com uma bomba ISCO na taxa de 1 ml/min por 30 min, então, 1,5 ml/min por 56 min. A diluição foi interrompida por 8 min durante a segunda parte da adição. Após a diluição estar completa, o misturador foi desligado e o conteúdo foi resfriado. Uma vez que a temperatura do conteúdo alcançou 88,6 °C, a pressão na câmara foi lentamente ventilada. A válvula de guilhotina foi aberta e o material foi coletado (188,90 g, 82,8% de recuperação) e filtrado antes do uso.

EXEMPLO 3 - PREPARAÇÃO DE UMA DISPERSÃO AQUOSA DE POLÍMERO-BASE, DISPERSANTE, AGENTE DE ACOPLAMENTO POLIMÉRICO E 8401 EM UMA RAZÃO P/P/P/P DE 26:25:10:39

[0026] EA103 (26 por cento em peso de sólidos de polímero), 5980i (25 por cento em peso de sólidos de polímero), MA-co-PE (10 por cento em peso de sólidos de polímero) e 8401 (39 por cento em peso de sólidos de polímero) foram alimentados individual e concomitantemente a partir de funis

separados nos pesos relativos especificados em uma taxa de 6,8 kg/h (15 lbs/h) em uma extrusora Bersdorff ZE25 UTX de 25 mm com 48 L/D (girando em 300 rpm). O perfil de temperatura de extrusora foi alterada linearmente para 150 °C antes da introdução, através de bombas ISCO, de água (14,3 ml/min a 123 °C e 3,34 MPa (485 psi)) e DMEA (17,7 ml/min) separada e concomitantemente. Água de diluição (115 ml/min a 143 °C e 4,48 MPa (650 psi)) foi, então, adicionada e a mistura foi resfriada a 97° C na saída da extrusora. Um regulador de contrapressão foi usado na saída da extrusora para ajustar a pressão no barril de extrusora para reduzir formação de vapor. A dispersão resultante foi resfriada e filtrada através de um filtro de 200-µm.

EXEMPLO 4 - PREPARAÇÃO DE UMA DISPERSÃO AQUOSA DE POLÍMERO-BASE, DISPERSANTE E AGENTE DE ACOPLAMENTO POLIMÉRICO EM UMA RAZÃO P/P/P DE 65:25:10

[0027] Esse exemplo foi realizado substancialmente conforme descrito no Exemplo 2 exceto que AC34035 (52,02 g) foi usado no lugar de EA103. A dispersão (200,83 g, 88,01 % de recuperação) foi coletada e o material foi filtrado antes do uso.

EXEMPLO 5 - PREPARAÇÃO DE UMA DISPERSÃO AQUOSA DE POLÍMERO-BASE, DISPERSANTE E AGENTE DE ACOPLAMENTO POLIMÉRICO EM UMA RAZÃO P/P/P DE 65:25:10

[0028] Esse exemplo foi preparado substancialmente conforme descrito para o Exemplo 2. Após a pressão na câmara ser lentamente ventilada, a válvula de guilhotina foi aberta e o material foi coletado (208,16 g, 91,23 % de recuperação) como uma dispersão espumante, que foi filtrada antes do uso para remover o material espumante do topo da dispersão.

EXEMPLO COMPARATIVO 1 - PREPARAÇÃO DE POLÍMERO-BASE NÃO FUNCIONALIZADO E DISPERSANTE

[0029] A câmara de fundição do misturador Helicone 2CV foi pré-aquecida a 90 °C e, então, carregada com 8402 (60,02 g) e 5980i (20,01 g), para uma composição de mistura de 75,0% de 8401 e 25,0% de 5980i. Água deionizada (22,54 ml) e DMEA (11,43 ml, 200% de neutralização) também foram pré-carregados com a utilização de uma bomba de seringa ISCO. A configuração de temperatura foi, então, elevada para 155 °C, o que alcançou uma temperatura interna de 143 °C para a execução. A velocidade de mistura inicial de 5 rpm foi mantida por 15 min, então, aumentada para 43 rpm e retida por 5 minutos a 143 °C antes de elevar a velocidade de misturador para 98 rpm pelo restante da execução. O material foi branco e uniforme após 30 min de mistura. Água de diluição foi adicionada em 1 ml/min por 30 min e, então, 1,5 ml/min por 55 min por um total de 112,5 ml de diluição. Após a diluição ser concluída, o aquecedor foi diminuído para 90 °C e a velocidade de mistura reduzida de volta para 5 rpm durante o processo de resfriamento. Uma vez que a temperatura interna alcançou 87,5 °C, o misturador foi interrompido e a pressão na câmara foi lentamente ventilada. A válvula de guilhotina foi aberta, o material foi coletado (206,04 g, 91,5 % de recuperação) e a amostra foi filtrada antes do uso.

[0030] A Tabela 1 ilustra um resumo das composições de amostra

**TABELA 1 - COMPOSIÇÕES DE AMOSTRA**

Exemplo	Polímero-base (% em peso)	Dispersante (% em peso)	Agente de acoplamento (% em peso)	Olefina não funcionalizada (% em peso)
1	EA103 (75%)	5980i (25%)	Nenhum	Nenhum
2	EA103 (65%)	5980i (25%)	MA-co-PE (10%)	Nenhum
3	EA103 (26%)	5980i (25%)	MA-co-PE (10%)	8401 (39%)
4	AC34035 (65%)	5980i (25%)	MA-co-PE (10%)	Nenhum
5	AC1609 (65%)	5980i (25%)	MA-co-PE (10%)	Nenhum
Comp. 1	8402 (75%)	5980i (25%)	Nenhum	Nenhum

**TESTAGEM DE ABSORÇÃO DE ÁGUA**

[0031] Todas as amostras foram curadas a 110 °C por 2 min. Todos os dados de Cobb foram gerados a 90 °C de água por 2 min. O valor-alvo de

Cobb para absorção de água foi  $<10 \text{ g/m}^2$ . A Tabela 2 ilustra os pesos de revestimento e valores de Cobb para todas as amostras. EA se refere a acrilato de etila; BA se refere a acrilato de butila; e MA se refere a acrilato de metila.

**TABELA 2 - PESOS DE REVESTIMENTO E VALORES DE COBB**

Exemplo N°	Comonômero	Comonômero (% em peso)	Peso de revestimento ( $\text{g/m}^2$ )	Valor de Cobb ( $\text{g/m}^2$ )
1	EA	14,6	5,0	5,8
2	EA	12,6	6,2	4,6
3	EA	5,1	9,3	8,1
4	BA	22,8	5,9	4,2
5	MA	5,9	8,1	6,5
Comp. 1	Nenhum	Nenhum	9,4	3,1

[0032] Tabela 2 mostra que todas as amostras, incluindo a amostra comparativa, passaram no teste de absorção de água para pesos de revestimento menores que  $10 \text{ g/m}^2$ .

#### TESTAGEM DE RESISTÊNCIA A ÓLEO E GRAXA

[0033] Todas as amostras foram curadas a  $110^\circ\text{C}$  por 2 min. O valor-alvo para absorção de óleo foi  $<15 \text{ g/m}^2$  e o valor-alvo para contaminação foi 0%. A Tabela 3 é um resumo da absorção e contaminação de óleo para as amostras. O Exemplo 6 foi preparado mesclando-se 3,42 g da dispersão a partir do Exemplo 1 com 36,58 g do Exemplo Comparativo 1; O Exemplo 7 foi preparado mesclando-se 0,68 g da dispersão a partir do Exemplo 3 com 39,32 g da dispersão a partir do Exemplo Comparativo 1.

**TABELA 3 - DADOS DE ABSORÇÃO E CONTAMINAÇÃO DE ÓLEO**

Exemplo N°	Comonômero (% em peso)	Peso de revestimento ( $\text{g/m}^2$ )	Absorção de óleo ( $\text{g/m}^2$ )	Contaminação (%)
1	14,6	7,8	4,4	0
2	12,6	9,8	0,9	0
3	5,1	9,0	2,7	0
4	22,8	9,0	10,6	0
5	5,9	8,7	1,3	0
6	0,5	8,3	1,0	0
7	0,1	6,2	49,3	43,8
Comp. 1	Nenhum	7,7	47,4	93,7

[0034] A Tabela 3 mostra que as amostras de papel revestidas preparadas a partir de dispersões que contêm copolímeros de poliolefina funcionalizados com uma concentração suficiente de coacrilato passaram nos testes de absorção e contaminação de óleo; no entanto, a amostra de papel revestida preparada com a dispersão que contém apenas poliolefina não funcionalizada com um alquilacrilato falhou em ambos os testes.



## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar um revestimento de camada única onifóbico em papel ou papelão, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

a) aplicar em papel ou papelão uma composição que compreende água, um dispersante, um polímero-base e um agente neutralizante; e

b) aquecer a composição para produzir uma película curada que tem uma densidade de peso de revestimento na faixa de 1 a 20 g/m<sup>2</sup>;

em que a soma do dispersante e do polímero-base compreende de 10 a 100 por cento do peso de película curada; em que

o dispersante é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C; em que a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 70:30; e em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada;

o polímero-base compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno para o C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50, e em que a concentração de polímero-base está na faixa de 2 a 80 por cento em peso, com base no peso da película curada;

em que a película curada tem um peso de revestimento na faixa de 4 a 12 g/m<sup>2</sup>;

em que o agente neutralizante é amônia ou uma base orgânica que tem um ponto de ebulição de menos que 250 °C; em que a concentração

do agente neutralizante é suficiente para neutralizar pelo menos metade dos grupos de ácido carboxílico associados ao dispersante.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a película curada tem um peso de revestimento na faixa de 4 a 12 g/m<sup>2</sup>; em que

o dispersante é um copolímero de etileno e ácido acrílico ou ácido metacrílico;

o polímero-base é acrilato de etileno-co-metila, acrilato de etileno-co-etila ou acrilato de etileno-co-butila; e

o agente neutralizante é amônia ou uma amina.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a película curada tem um peso de revestimento na faixa de 4 a 10 g/m<sup>2</sup>, em que a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para unidades estruturais de ácido acrílico ou ácido metacrílico está na faixa de 90:10 a 75:25; e a concentração do dispersante está na faixa de 10 a 40 por cento com base no peso da película curada.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a concentração de polímero-base é suficiente para formar uma película curada com um valor de Cobb de menos que 10 g/m<sup>2</sup> e contaminação de óleo de menos que 5%.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a concentração de polímero-base está na faixa de 2 a 75 por cento em peso, com base no peso da película curada.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a composição compreende, adicionalmente, de 5 a 10 por cento em peso de um agente de acoplamento polimérico, com base no peso da película curada.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que a composição compreende,

adicionalmente, até 85 por cento em peso de um copolímero de etileno-co-octeno ou etileno-co-hexeno, com base no peso da película curada.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que a composição compreende, adicionalmente, até 5 por cento em peso de uma cera, com base no peso da película curada.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a película curada tem um peso de revestimento de 6 a 10 g/m<sup>2</sup>.

10. Artigo, caracterizado pelo fato de que compreende de 4 a 12 g/m<sup>2</sup> de uma película polimérica curada que se sobrepõe a papel ou papelão, em que a película polimérica compreende:

a) um polímero-base que compreende unidades estruturais de etileno e um C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato, em que a razão peso-para-peso das unidades estruturais de etileno e o C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-acrilato de alquila ou metacrilato está na faixa de 99,8:0,2 a 50:50; e

b) um dispersante que é um copolímero que compreende unidades estruturais de etileno e um monômero de ácido carboxílico, em que o copolímero tem um índice de fluxo de fundição na faixa de 50 a 2.000 g/10 min a 190 °C, e a razão peso-para-peso de unidades estruturais de etileno para monômero de ácido carboxílico está na faixa de 95:5 a 70:30;

em que o dispersante tem uma concentração na faixa de 9 a 50 por cento em peso com base no peso da película curada; e em que a concentração de polímero-base está na faixa de 2 a 80 por cento em peso, com base no peso da película curada; e em que a soma do dispersante e o polímero-base compreende de 10 a 100 por cento do peso de película curada.

11. Artigo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a película curada tem um peso de revestimento de 6 a 10 g/m<sup>2</sup>.

12. Artigo de acordo com a reivindicação 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que a concentração de polímero-base está na faixa de 2 a 75 por cento em peso, com base no peso da película curada.