



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

## CARTA PATENTE N.º PI 0414461-9

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0414461-9

(22) Data do Depósito : 23/09/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 07/04/2005

(51) Classificação Internacional : C08J 3/09; C08L 21/00

(30) Prioridade Unionista : 27/09/2003 DE 103 44 975.2

(54) Título : COMPOSIÇÃO DE MICROGÉIS EM MEIO ORGÂNICO NÃO- RETICULÁVEL, SEUS USOS E SEUS PROCESSOS DE PREPARAÇÃO, PLÁSTICOS, BORRACHAS, ELASTÔMEROS TERMOPLÁSTICOS, E COMPOSIÇÕES PARA REVESTIMENTO OU LUBRIFICANTES

(73) Titular : RHEIN CHEMIE RHEINAU GMBH, Sociedade Alemã. Endereço: Duesseldorfer Strasse 23-27, Mannheim, Alemanha (DE), CEP: D-68219.; LANXESS DEUTSCHLAND GMBH, Sociedade Alemã. Endereço: D-51369 Leverkusen, Alemanha (DE).

(72) Inventor : Torsten Ziser. Endereço: Schimbach 15, 69488 Birkenau, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Thomas Früh. Endereço: Sachsenweg 14, 67117 Limburgerhof, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Patrick Galda. Endereço: Rhode-Island-Allee 69, 76149 Karlsruhe, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Werner Obrecht, Químico(a). Endereço: Beethovenstrasse 4, 47447 Moers, Alemanha.

Prazo de Validade : 20 (vinte) anos contados a partir de 23/09/2004, observadas as condições legais.

Expedida em : 9 de Setembro de 2014.

Assinado digitalmente por  
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira  
Diretor de Patentes



**Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "COMPOSIÇÃO DE MICROGÉIS EM MEIO ORGÂNICO NÃO-RETICULÁVEL, SEUS USOS E SEUS PROCESSOS DE PREPARAÇÃO, PLÁSTICOS, BORRACHAS, ELASTÔMEROS TERMOPLÁSTICOS, E COMPOSIÇÕES PARA REVESTIMENTO OU LUBRIFICANTES".**

[001] A invenção se refere a uma composição que compreende pelo menos um meio específico não-reticulável e pelo menos um microgel, processos para a sua preparação, usos das composições e polímeros, borrachas, lubrificantes, revestimentos, etc., que contêm microgel, preparada a partir dos mesmos.

[002] É conhecido o emprego de géis de borracha, incluindo géis de borracha modificados em misturas com as mais diversas borrachas, por exemplo, com a finalidade de melhorar a resistência de rolagem na produção de pneus para veículos a motor (ver, por exemplo, DE 42 20 563, GB-PS 10 78 400, EP 405 216 e EP 854 171). Nesse caso, os géis de borracha são sempre incorporados no interior de matrizes sólidas.

[003] Também é conhecida a incorporação de pigmentos de tinta de impressão em forma finamente distribuída dentro de meios líquidos adequados para esses, com o propósito de finalmente preparar tintas de impressão (ver, por exemplo, EP 0953 615 A2, EP 0 953 615 A3). Neste caso, são conseguidos tamanhos das partículas abaixo de 100 nm.

[004] Diversos aparelhos para dispersão, tais como um misturador, moinho de contas, moinho de cilindro triplo ou homogeneizador, extrusor de hélice única ou hélices múltiplas e/ou um dissolvedor, são usados para a dispersão. O uso de homogeneizadores e o modo de funcionamento dos mesmos estão descritos no Marketing Bulletin of APV Homogeniser Group – "High-pressure homogenisers processes,

product and applications" por William D. Pandolfe e Peder Baekgaard, principalmente para a homogeneização de soluções.

[005] O uso dos géis de borracha como um componente sólido em misturas com meios orgânicos líquidos com o propósito de preparar dispersões de gel de borracha finamente distribuídas, tendo diâmetros de partículas significativamente abaixo de um  $\mu\text{m}$  e a homogeneização dos mesmos por meio de um homogeneizador não está descrito nos documentos mencionados.

[006] O Chinese Journal of Polymer Science, volume 20, nº 2, (2002), 93 a 98, descreve microgéis que são completamente reticulados através de radiação de alta energia e o uso dos mesmos para o aumento da resistência ao impacto de plásticos. Na preparação de composições específicas de resina epóxi, uma mistura de uma nitrila reticulada por radiação/microgel de butadieno terminada por carboxila e o éter de glicidila de bisfenol A, um meio orgânico reticulável, ocorre de modo intermediário. Outras composições líquidas que contenham microgéis não estão descritas.

[007] A US 20030088036 A1 descreve, de modo similar, composições de resina de fixação térmica reforçadas, para a preparação das quais partículas de microgel reticuladas por radiação são da mesma forma misturadas com polímeros de fixação térmica (ver também a EP 1262510 A1).

[008] A DE 2910154 descreve dispersões de partículas de borracha com solventes orgânicos. Essas dispersões são preparadas através da adição dos solventes a um látex de borracha aquoso, com a adição de um agente de dispersão. Esse relatório descritivo da mesma forma também menciona a possibilidade da remoção da água resultante do látex. No entanto, as dispersões anidras não são descritas. As dispersões que são substancialmente anidras não podem ser praticamente obtidas através desse processo (ver também o conhecimento

na DE-A- 3742180, página 2, linha 10, da mesma requerente). No entanto, isso é uma desvantagem em numerosas utilizações. As dispersões descritas nas patentes mencionadas, além disso, compreendem necessariamente agentes de dispersão ou emulsificantes com a finalidade de conseguir uma distribuição homogênea das fases aquosa e orgânica. A presença de tais emulsificantes ou agentes de dispersão, no entanto, é muito difícil em muitas utilizações. As partículas de borracha descritas nas mesmas, além disso, são relativamente grosseiras.

[009] A DE-A- 3742180 descreve dispersões de polímeros de enxerto que contêm silicone em amidas líquidas, que são do mesmo modo preparadas a partir de látex aquosos. Nas dispersões ali descritas, no entanto, a água só é amplamente separada e a separação completa é difícil. Os polímeros de enxerto que contêm silicone são, além disso, de partículas muito grossas (240 nm). As dispersões ali descritas podem ser usadas para o aumento das propriedades de fibrilação das películas PAN. Devido a sua estrutura específica com um núcleo de silicone e um envoltório de acrilato, no entanto, os polímeros de enxerto não são adequados de forma específica para serem usados em lubrificantes devido a sua incompatibilidade.

[0010] Os inventores da presente invenção revelaram agora que é possível que os microgéis sejam distribuídos finamente em meios orgânicos líquidos de uma determinada viscosidade, por exemplo, com a utilização de um homogeneizador. A divisão dos microgéis no meio orgânico abaixo, no interior da faixa primária do tamanho de partícula, é um pré-requisito, por exemplo, para tornar as nanopropriedades dos microgéis utilizáveis, de modo específico reproduzível em qualquer utilização, por exemplo, no caso da incorporação dentro de plásticos. As composições líquidas de acordo com a invenção que compreendem os microgéis específicos podem abrir um grande número de no-

vos usos dos microgéis que até agora não eram acessíveis com os próprios microgéis.

[0011] Assim, por exemplo, em uma modalidade da invenção, com base nas distribuições finas que podem ser alcançadas, as composições de acordo com a invenção são incorporadas, por exemplo, dentro de plásticos e lubrificantes, com o resultado de serem obtidas propriedades completamente novas. As composições de acordo com a invenção, dessa forma, mostram, de forma surpreendente, propriedades que podem ser comparadas às daquelas das graxas comerciais (estabilidade com relação ao assentamento, baixa separação de óleo, consistência, etc.); no entanto, elas apresentam propriedades mais favoráveis com relação a, por exemplo, estabilidade em cisalhamento (isto é, quase nenhuma mudança nos valores de penetração depois de moagem com 60.000 golpes) e pontos de gota excepcionalmente elevados tais como os alcançados de outro modo por graxas resistentes ao calor, tal como, por exemplo a graxa PU ou as graxas de complexo de Ca. Além disso, as composições de acordo com a invenção exibem uma ação positiva sobre os coeficientes de fricção, que é completamente atípica das graxas padrão.

[0012] As composições que contêm microgel de acordo com a invenção podem ser usadas em um grande número de campos, tais como, por exemplo, em sistemas PU de elastômeros (sistemas de moldagem a frio e de moldagem a quente), em composições para revestimento, ou como aditivos para lubrificantes. Nas composições que contêm microgel de acordo com a invenção, os materiais que não são compatíveis *per se* formam uma distribuição homogênea que permanece estável mesmo durante um armazenamento relativamente longo (6 meses).

[0013] P. Pötschke et al., Kautschuk Gummi Kunststoffe, 50 (11) (1997) 787, mostra que no caso de materiais não compatíveis, tais

como, por exemplo, um derivado de p-fenilenediamina como a fase dispersa e TPU como a fase circundante, nenhum dos domínios menores do que 1,5  $\mu\text{m}$  pode ser realizado.

[0014] É surpreendente que essas pequenas fases dispersas são conseguidas com as composições de microgel da presente invenção.

[0015] As composições que contêm microgel apresentam sido consideradas para as quais as propriedades reológicas mais diversas apresentam sido determinadas. Em composições adequadas que contêm microgel, tem sido encontrada uma viscosidade estrutural muito elevada ou tixotropia, e também propriedades de fluxo similares às das dos fluidos Newtonianos. Isso pode ser utilizado para o controle, além de outras propriedades, das propriedades de fluxo de quaisquer composições líquidas desejadas por microgéis.

[0016] Por esse motivo, a presente invenção proporciona uma composição que compreende pelo menos um meio orgânico não-reticulável (A) que apresenta uma viscosidade inferior a 30.000 mPas em uma temperatura de 120°C e pelo menos um microgel (B).

[0017] De preferência, a viscosidade do meio orgânico é inferior a 1.000 mPas, de mais preferência inferior a 200 mPas, ainda de mais preferência inferior a 100 mPas a 120°C e ainda de maior preferência inferior a 20 mPas a 120°C. A viscosidade do meio orgânico não-reticulável (A) é determinada em uma velocidade de 5  $\text{s}^{-1}$  com um sistema de medição de cone-placa de acordo com a DIN 530 18, a 120°C.

#### Microgel (B).

[0018] O microgel (B) usado na composição de acordo com a invenção é um microgel reticulado. Em uma modalidade de preferência não é um microgel que é reticulado por uma radiação de alta energia. Radiação de alta energia, neste relatório descritivo, significa, convenientemente, uma radiação eletromagnética que tenha um comprimento

de onda inferior a 0,1  $\mu\text{m}$ . O uso de microgéis que sejam reticulados através de radiação de alta energia, como descrito, por exemplo, no Chinese Journal of Polymer Science, volume 20, nº 2 (2002), 93 a 98, não é vantajoso, uma vez que os microgéis que são reticulados através de radiação de alta energia não podem ser preparados praticamente em uma escala industrial. O uso de radiação de alta energia a partir de fontes de radiação, tais como cobalto radioativo, é, além disso, acompanhada de graves problemas de segurança. Uma vez que os microgéis reticulados por radiação, além disso, como regra, são microgéis completamente reticulados por radiação, a mudança no módulo a partir da fase da matriz para a fase dispersa na incorporação da composição de acordo com a invenção, por exemplo, dentro de plásticos, é direta. Como resultado, sob um estresse repentino podem ocorrer efeitos de rompimento entre a matriz e a fase dispersa, por meio do que as propriedades mecânicas, as propriedades de inchamento e a quebra pelo estresse de corrosão, etc., dos plásticos que contêm microgel preparados com a utilização das composições de acordo com a invenção são prejudicadas.

[0019] Em uma modalidade de preferência da invenção, as partículas primárias do microgel (B) apresentam uma geometria aproximadamente esférica. De acordo com a DIN 53206: 1992-08, as partículas primárias são as partículas de microgel dispersas na fase coerente que podem ser detectadas como indivíduos através de métodos físicos adequados (microscópio eletrônico) (conf. Römpf Lexikon, Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, 1998). Uma geometria "aproximadamente esférica" significa que as partículas primárias dispersas dos microgéis produzem de forma substancial a imagem de uma área circular que pode ser detectada quando a composição é observada, por exemplo, com um microscópio eletrônico. Uma vez que os microgéis não mudam o seu formato ou a sua morfologia de forma substancial

durante o processamento adicional das composições de acordo com a invenção, as declarações acima e abaixo também se aplicam da mesma maneira às composições que contêm microgel obtidas com as composições de acordo com a invenção, tais como, por exemplo, plásticos, composições para revestimento, lubrificantes, e os semelhantes.

[0020] Nas partículas primárias do microgel (B) que estão contidas na composição de acordo com a invenção, o desvio dos diâmetros de uma partícula primária individual, definido como

$$[(d1 - d2) / d2] \times 100,$$

[0021] em que d1 e d2 são qualquer um de dois diâmetros desejados da partícula primária e d1 é > d2, é de preferência inferior a 250%, de mais preferência inferior a 100%, ainda de mais preferência inferior a 80%, mesmo de mais preferência inferior a 50%.

[0022] De preferência, pelo menos 50%, de mais preferência pelo menos 90%, ainda de mais preferência pelo menos 95% das partículas primárias do microgel apresentam um desvio dos diâmetros definido como

$$[(d1 - d2) / d2] \times 100,$$

[0023] em que d1 e d2 são qualquer um de dois diâmetros desejados da partícula primária e d1 é > d2, inferior a 250%, de preferência inferior a 100%, ainda de mais preferência inferior a 80%, mesmo de mais preferência inferior a 50%.

[0024] O desvio dos diâmetros das partículas individuais acima mencionados pode ser determinado através do método que se segue. É primeiro produzida uma seção fina da composição, de acordo com a invenção, solidificada. Uma transmissão de uma fotografia de microscópio eletrônico é em seguida produzida em uma ampliação de, por exemplo, 10.000 vezes ou 200.000 vezes. Em uma área de 833,7 x 828,8 nm são determinados os diâmetros maiores e menores como d1 e d2 em 10 partículas primárias de microgel. Se o desvio definido aci-



ma em pelo menos 80%, e mais preferência em pelo menos 90%, ainda de mais preferência em pelo menos 95% das partículas primárias de microgel medidas ficar, em cada caso, abaixo de 250%, de mais preferência abaixo de 100%, ainda de mais preferência abaixo de 80%, mesmo de mais preferência abaixo de 50%, as partículas primárias de microgel apresentam as características de desvio definidas acima.

[0025] Se a concentração dos microgéis na composição for tão alta que as partículas primárias de microgel visíveis se sobreponham consideravelmente, a capacidade de avaliação pode ser aumentada por uma adequada dissolução anterior da amostra para a medição.

[0026] Na composição de acordo com a invenção as partículas primárias do microgel (B) apresentam de preferência um diâmetro médio de partícula de 5 até 500 nm, de mais preferência de 20 até 400 nm, de mais preferência de 20 até 300 nm, de mais preferência de 20 até 250 nm, ainda de mais preferência de 20 até 99, mesmo de mais preferência de 40 até 80 nm (valores de diâmetro de acordo com a DIN 53206). A preparação dos microgéis especificamente finamente divididos através de polimerização da emulsão é realizada através do controle dos parâmetros da reação de uma maneira conhecida *per se* (ver, por exemplo, H. G. Elias, Makromoleküle, volume 2, Technologie, 5ª edição, 1992, página 99 e seguintes).

[0027] Uma vez que a morfologia dos microgéis não muda de forma substancial durante o processamento posterior da composição de acordo com a invenção, o diâmetro médio da partícula das partículas primárias dispersas corresponde de forma substancial ao diâmetro médio de partícula das partículas primárias dispersas nos produtos do processamento posterior obtidos com a composição de acordo com a invenção, tais como plásticos, lubrificantes, revestimentos, etc., que contêm microgel. Isso é uma vantagem específica da composição de

acordo com a invenção. Até um determinado grau, formulações de microgel estáveis em armazenamento feitas de encomenda que tenham uma morfologia definida dos microgéis e que o cliente possa processar posteriormente para as utilizações desejadas, podem ser tornadas disponíveis para clientes. A dispersão, homogeneização, ou mesmo a preparação prévia dispendiosa dos microgéis, não é mais necessária, e por essa razão é esperado que esses microgéis também encontrarão uso em campos nos quais a sua utilização até agora parecia ser bastante dispendiosa.

[0028] Nas composições de acordo com a invenção, os microgéis (B) apresentam de modo conveniente conteúdos que são insolúveis em tolueno a 23°C (conteúdo de gel) de pelo menos cerca de 70% em peso, de mais preferência de pelo menos 80% em peso, ainda de mais preferência de pelo menos 90% em peso.

[0029] O conteúdo que é não é solúvel em tolueno é determinado, neste relatório descritivo, em tolueno a 23°. Neste método, 250 mg de microgel são inchados em 20 ml de tolueno durante 24 horas a 23° C, enquanto são agitados. Depois da centrifugação a 20.000 rpm, o conteúdo não solúvel é separado e seco. O teor de gel é dado pelo quociente do resíduo seco e a quantidade retirada e é declarada em um percentual em peso.

[0030] Na composição de acordo com a invenção, os microgéis (B) tem convenientemente um índice de inchação em tolueno a 23°C inferior a cerca de 80, de mais preferência inferior a 60, ainda de mais preferência inferior a 40. Os índices de inchação dos microgéis (B) podem, por esse motivo, ficar de preferência específica entre 1 a 15 e 1 a 10. O índice de inchação é calculado a partir do peso do microgel que contem o solvente (depois de centrifugação a 20.000 rpm) que tenha inchado em tolueno a 23°C durante 24 horas e o peso do microgel seco.

$Q_i$  = peso molhado do microgel / peso seco do microgel.

[0031] Para a determinação do índice de inchaço, 250 mg de microgel são inchados em 25 ml de tolueno durante 24 horas, enquanto são agitados. O gel é removido por centrifugação e pesado, e em seguida seco até um peso constante, a 70°C, e de novo pesado.

[0032] Na composição de acordo com a invenção, os microgéis (B) tem temperaturas de transição vítrea  $T_g$  de -100°C até + 120°C, de mais preferência de -100°C até + 100°C, ainda de mais preferência de -80°C até + 80°C. Em casos raros, os microgéis que não tenham temperatura de transição vítrea devido ao seu alto grau de reticulação também podem ser usados.

[0033] Além disso, os microgéis empregados nas composições de acordo com a invenção apresentam de preferência uma faixa de transição vítrea superior a 5°C, de preferência superior a 10°C e de maior preferência superior a 20°C. Os microgéis que tem essa faixa de transição vítrea não são, como regra, completamente reticulados de forma homogênea – em contraste com os microgéis reticulados com radiação que são completamente homogêneos. Isso significa que a mudança do módulo da fase da matriz para a fase dispersa nas composições de plástico que contêm microgel, que são preparadas, por exemplo, a partir de composições de acordo com a invenção, não é direta. Como resultado, sob um estresse repentino sobre essas composições, não ocorrem os efeitos de rompimento entre a matriz e a fase dispersa, por meio do que as propriedades mecânicas, as propriedades de inchaço, e a quebra por corrosão de estresse, etc., são influenciadas de forma vantajosa.

[0034] As temperaturas de transição vítrea ( $T_g$ ) e a faixa de transição vítrea ( $\Delta T_g$ ) dos microgéis são determinadas por meio de análise térmica diferencial (DTA, também calorimetria diferencial de varredura (DSC)) sob as seguintes condições:

[0035] Dois ciclos de resfriamento/aquecimento são realizados para a determinação do  $T_g$  e do  $\Delta T_g$ . O  $T_g$  e o  $\Delta T_g$  são determinados no segundo ciclo de aquecimento. Para as determinações, 10 a 12 mg do microgel selecionado são introduzidos em um recipiente de amostra de DSC (caçarola padrão de alumínio) da Perkin-Elmer. O primeiro ciclo de DSC é realizado por primeiro resfriando a amostra para  $-100^\circ\text{C}$  com nitrogênio líquido e em seguida aquecendo a amostra para  $+150^\circ\text{C}$  em uma velocidade de 20 K/min. O segundo ciclo de DSC é iniciado pelo esfriamento imediato da amostra tão logo que uma temperatura da amostra de  $+150^\circ\text{C}$  seja alcançada. O resfriamento é realizado em uma velocidade de aproximadamente 320 K/min. No segundo ciclo de aquecimento, a amostra é aquecida para  $+150^\circ\text{C}$  mais uma vez como no primeiro ciclo. A taxa de aquecimento no segundo ciclo é de novo de 20 K/min.. O  $T_g$  e o  $\Delta T_g$  são determinados em um gráfico sobre a curva do DSC da segunda operação de aquecimento. Para essa finalidade, três linhas retas são colocadas sobre a curva DSC. A 1ª linha reta é colocada sobre a seção curva da curva do DSC abaixo do  $T_g$ . A 2ª linha reta é colocada no ramo da curva que passa através do  $T_g$  que tem o ponto de inflexão e a 3ª linha reta é colocada sobre a ramificação curva da curva do DSC acima do  $T_g$ . Três linhas retas com dois pontos de interseção são obtidas dessa maneira. Os dois pontos de interseção são, cada um, caracterizados por uma temperatura característica. A temperatura de transição vítrea  $T_g$  é obtida por meio dessas duas temperatura e a faixa de transição vítrea  $\Delta T_g$  é obtida a partir da diferença entre as duas temperaturas.

[0036] Os microgéis que estão contidos na composição de acordo com a invenção e são de preferência não-reticulados através de radiação de alta energia podem ser preparados em uma maneira conhecida *per se* (ver, por exemplo, a EP-A- 405 216, EP-A- 854 171, DE-A 4220563, GB-PS 1078400, DE 197 01 489.5, DE 197 01, 488.7, DE

198 34 804.5, DE 109 34 803.7, DE 198 34 802.9, DE 199 29 347.3, DE 199 39 865.8, DE 199 42 620.1, DE 199 42 614.7, DE 100 21 070.8, DE 100 38 488.9, DE 100 39 749.2, DE 100 52 287.4, DE 100 56 311.2 e DE 100 61 174.5). O uso de microgéis CR, BR e NBR em misturas com borrachas que contêm ligações duplas é reivindicado nas patentes e pedidos de patente EP-A- 405 216, DE-A 4220563 e GB-PS 1078400. A DE 197 01 489.5 descreve o uso de microgéis subsequentemente modificados em misturas com borrachas que contenham ligações duplas tais como NR, SBR e BR.

[0037] Os microgéis são convenientemente entendidos como significando partículas de borracha que são obtidas, de forma específica, através da reticulação das seguintes borrachas:

BR: polibutadieno

ABR: copolímeros de butadieno/éster de C1-4 alquila do ácido acrílico;

IR: poliisopreno

SBR: copolímeros de estireno/butadieno tendo teores de estireno de 1 a 60, de preferência de 5 a 50 por cento em peso;

X-SBR: copolímeros de estireno carboxilado/ butadieno;

FM: borracha fluorada;

ACM: borracha de acrilato;

NBR: copolímeros de polibutadieno/ acrilonitrila tendo teores de acrilonitrila de 5 a 60, de preferência de 10 a 50 por cento em peso;

X-NBR: borrachas de nitrila carboxilada;

CR: policloropreno;

IIR: copolímeros de isobutileno/isopreno tendo teores de isopreno de 0,5 a 10 por cento em peso;

BIIR: copolímeros de isobutileno/isopreno bromados tendo teores de bromo de 0,1 a 10 por cento em peso;

CIIR: copolímeros de isobutileno isopreno/clorados tendo teores

de cloro de 0,1 a 10 por cento em peso;

HNBR: borrachas de nitrila parcialmente ou completamente hidrogenadas;

EPDM: copolímeros de etileno/propileno;

EAM: copolímeros de etileno e acrilato;

EVM: copolímeros de etileno e acetato de vinila;

CO e ECO: borrachas de epiclorohidrina;

Q: borrachas de silicone, excluindo os polímeros de enxerto de silicone;

AU: polímeros de poliéster-uretano;

EU: polímeros de poliéter- uretano;

ENR: borracha natural epoxidada ou as misturas das mesmas.

[0038] As substancias de partida de microgel não-reticuladas são convenientemente preparadas através dos seguintes métodos:

[0039] Polimerização da emulsão

[0040] Polimerização da solução de borrachas que não são acessíveis através da variante 1.

[0041] Látex de ocorrência natural, tais como, por exemplo, látex de borracha natural também podem ser empregados além desses.

[0042] Na composição de acordo com a invenção, os microgéis (B) usados são de preferência aqueles que podem ser obtidos através de polimerização da emulsão e reticulação.

[0043] Os monômeros que se seguem que podem ser submetidos à polimerização de radical livre sendo empregados, por exemplo, na preparação por polimerização da emulsão dos microgéis usados de acordo com a invenção: butadieno, estireno, acrilonitrila, isopreno, ésteres de ácido acrílico e de ácido metacrílico, tetrafluoretileno, fluoreto de vinilideno, hexafluorpropeno, 2-clorobutadieno, 2,3-diclorobutadieno, e ácidos carboxílicos que contenham ligações duplas, tais como, por exemplo, o ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido

maléico, ácido itacônico, etc., compostos de hidróxi que contenham ligações duplas, tais como metacrilato de hidroxietila, acrilato de hidroxietila e metacrilato de hidroxibutila, (met) acrilatos funcionalizados de amina, acroleína, N-vinil-2-pirrolidona, N-alil-uréia e N-alil-tiouréia, bem como ésteres de ácido (met)acrílico de amina secundária, tais como o metacrilato de 2-terc-butilaminoetila, e 2-terc-butilaminoetil metacrilamida, etc. A reticulação do gel de borracha pode ser conseguida de forma direta durante a polimerização em emulsão, tal como pela copolimerização com compostos multifuncionais que tenham uma ação de reticulação, ou pela reticulação subsequente como descrita abaixo. A reticulação direta é uma modalidade de preferência da invenção. Os comonômeros funcionais de preferência são compostos que tem pelo menos duas, de preferência de 2 a 4 ligações duplas C=C copolimerizáveis, tais como o diidopropenil benzeno, divinil benzeno, éter de divinila, divinil sulfona, ftalato de dialil, cianurato de trialil, 1,2-polibutadieno, N,N1—m-fenilenomaleimida, 2,3-toluilenobis (maleimida) e/ ou trimelitato de trialila. Os compostos que são possíveis, além desses, são os acrilatos e metacrilatos de álcoois poliídricos, de preferência álcoois C2 a C10 2 a 4-hídricos, tais como etileno glicol, propano-1,2-diol, butanodiol, hexanodiol, polietileno glicol que tenha de 2 até 20, de preferência de 2 até 8 unidades de oxietileno, neopentil glicol, bisfenol A, glicerol, trimetilol propano, pentaeritritol e sorbitol com poliésteres não-saturados de di e polióis alifáticos e ácido maléico, ácido fumárico e/ou ácido itacônico.

[0044] A reticulação para dar os microgéis de borracha durante a polimerização da emulsão também pode ser executada através da continuação da polimerização até altas conversões, ou no processo de alimentação do monômero através da polimerização com altas conversões internas. A execução da polimerização por emulsão na ausência de reguladores também é outra possibilidade.

[0045] Para a reticulação das substâncias de partida de microgel não-reticuladas ou reticuladas de forma fraca após a polimerização, os látex que são obteníveis na polimerização em emulsão são preferencialmente empregados. Em princípio, este método pode também ser utilizado em dispersões poliméricas não aquosas que estão acessíveis de outra maneira, tal como, por exemplo, pela redissolução. Látex de borracha natural também pode ser reticulada desta maneira.

[0046] Substâncias químicas apropriadas apresentando ação de reticulação são, por exemplo, peróxidos orgânicos, tal como peróxido de dicumila, peróxido de cumila t-butila, bis-(t-butilperoxiisopropil)benzeno, peróxido de di-t-butila, 2,5-dimetilhexino, 3,2,5-dihidroperóxido, peróxido de dibenzoíla, peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoíla) e perbenzoato de t-butila, e compostos orgânicos azo, tal como azo-bis-isobutironitrila e azo-bis-ciclohexanonitrila, assim como compostos di- e polimercapto, tal como dimercaptoetano, 1,6-dimercaptohexano, 1,3,5-trimercaptotriazina e borrachas de polissulfeto com final mercapto, tal como produtos de reação com final mercapto de bis-cloroetilformal com polissulfeto de sódio.

[0047] A temperatura ótima para realizar a pós-reticulação obviamente depende da reatividade do agente de reticulação, e a pós-reticulação pode ser executada a temperaturas a partir da temperatura ambiente até aproximadamente 180° C, opcionalmente sob pressão elevada (neste contexto, ver Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4ª Edição, volume 14/2, página 848). Peróxidos são agentes de reticulação particularmente preferidos.

[0048] A reticulação de borrachas contendo ligações duplas C=C para obter microgéis pode também ser realizada em dispersão ou emulsão com parcial, opcionalmente completa, hidrogenação simultânea da dupla ligação C=C pela hidrazina, como descrito em US 5,302,696 ou US 5,442,009, ou opcionalmente outros agentes de hi-



drogenação, por exemplos complexos de hidretos organometálicos.

[0049] Um aumento no tamanho de partícula por aglomeração pode opcionalmente ser realizado antes, durante ou após a reticulação.

[0050] No processo de preparação sem o uso de radiação de alta energia, preferencialmente utilizada de acordo com a invenção, microgéis incompletos homogeneamente reticulados, que podem ter as vantagens acima descritas, são sempre obtidos.

[0051] As borrachas que são preparadas por polimerização da solução também podem servir como substâncias de partida para a preparação dos microgéis. Nesses casos, soluções dessas borrachas em solventes orgânicos adequados são usadas como as substâncias de partida.

[0052] Os tamanhos desejados dos microgéis são estabelecidos pela mistura das soluções de borrachas em um meio líquido, de preferência em água, opcionalmente com a adição de substâncias auxiliares ativas de superfície, tais como, por exemplo, tensoativos, por meio de unidades adequadas de tal forma que é obtida uma dispersão da borracha no tamanho de partícula adequado. O procedimento para a reticulação das borrachas dispersas na solução é como o descrito anteriormente para a reticulação que se segue dos polímeros da emulsão. Os agentes de reticulação adequados são os compostos mencionados acima, sendo possível para o solvente empregado na preparação da dispersão ser opcionalmente removido, por exemplo, por destilação antes da reticulação.

[0053] Os microgéis que podem ser usados para a preparação da composição de acordo com a invenção são ambos microgéis não modificados que não apresentam substancialmente grupos reativos, especificamente sobre a superfície, e os microgéis modificados, modificados com grupos funcionais, de modo específico na superfície. Estes últimos microgéis podem ser preparados através da reação química

dos microgéis já reticulados com elementos químicos que sejam reativos com relação a ligações C=C duplas. Esses elementos químicos reativos são, de forma específica, aqueles compostos com o auxílio dos quais grupos polares, tais como, por exemplo, aldeído, hidroxila, carboxila, nitrila etc., e grupos que contêm enxofre, tais como mercapto, ditiocarbamato, polissulfeto, xantogenato, tiobenzotiazol e/ou grupos de ácido difosfórico e/ou de ácidos dicarboxílicos não-saturados, podem ser ligados quimicamente aos microgéis. Isso também se aplica a N.N'-m-fenilenodiamina. O objetivo da modificação do microgel é o de melhorar a compatibilidade do microgel se a composição de acordo com a invenção for usada para a preparação da última matriz dentro da qual o microgel é incorporado ou a composição de acordo com a invenção é usada para a incorporação dentro de uma matriz, com a finalidade de ser conseguida uma boa capacidade de distribuição durante a preparação, e um bom acoplamento.

[0054] Os métodos de modificação de preferência específica são o enxerto dos microgéis com os monômeros funcionais e a reação com agentes de baixo peso molecular.

[0055] Para o enxerto dos microgéis com monômeros funcionais, a dispersão aquosa de microgéis é usada de forma conveniente como o material de partida, que é posto em reação com os monômeros polares, tais como o ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacônico, (met)acrilato de hidroxietila, (met)acrilato de hidroxipropila, (met)acrilato de hidroxibutila, acrilamida, metacrilamida, acrilonitrila, acroleína, N-vinil-2-pirrolidona, N-alil-uréia e N-alil-tiouréia, e ésteres de ácido amino (met)acrílico secundário, tais como o metacrilato de 2-terc-butilaminoetila e 2-terc-butilaminoetil metacrilamida, sob as condições de polimerização da emulsão de radical livre. Os microgéis que tenham uma morfologia de núcleo/envoltório, em que o envoltório deve ter uma compatibilidade elevada com a matriz, são obtidos dessa ma-

neira. É desejável que o monômero usado na etapa de modificação seja enxertado tanto quantitativamente quanto possível no microgel não-modificado. Os monômeros funcionais são introduzidos convenientemente antes da reticulação completa dos microgéis.

[0056] O enxerto dos microgéis em sistemas não-aquosos também é concebível em princípio, uma modificação com monômeros através de métodos de polimerização iônica também se tornando possível nessa maneira.

[0057] Os seguintes reagentes são possíveis especificamente para a modificação da superfície dos microgéis com agentes de baixo peso molecular: enxofre elementar, sulfito de hidrogênio e/ou polimercaptanos de alquila, tais como 2,2-dimercaaptoetano ou 1,6-dimercapto hexano, além desses, ditiocarbamato de dialquila e dialquilarila, tais como os sais de metal alcalino ditiocarbamato de dimetil e/ou ditiocarbamato de dibenzil, além desses, xantogenatos de alquila e de arila, tais como metilxantogenato de potássio e isopropilxantogenato de sódio, bem como a reação com os sais de metal alcalino ou de metal alcalino-terroso do ácido dibutiltio fosfórico e do ácido dioctilditiofosfórico, bem como do ácido dodecilditiofosfórico. As reações mencionadas podem também ser executadas de forma vantajosa na presença de enxofre, o enxofre sendo co-incorporado com a formação das ligações de polissulfeto. Os iniciadores de radical livre, tais como os peróxidos orgânicos e inorgânicos e/ou os iniciadores azo, podem ser adicionados para a adição desse composto.

[0058] Uma modificação dos microgéis que contêm ligações duplas, tais como, por exemplo, através da ozonólise e através de halogenação com cloro, bromo e iodo também é possível. Outra reação de modificação dos microgéis, tal como, por exemplo, a preparação de microgéis modificados por grupos hidroxila a partir de microgéis epoxidizados, também é entendida como uma modificação química dos mi-

crogéis.

[0059] Em uma modalidade de preferência, os microgéis são modificados através de grupos hidroxila, de modo específico também na superfície dos mesmos. O teor do grupo hidroxila dos microgéis é determinado como o número de hidroxila com as dimensões mg KOH/g de polímero pela reação com anidrido acético e titulação do ácido acético liberado desse modo com o KOH de acordo com a DIN 53240. O número de hidroxila dos microgéis fica de preferência entre 0,1 e 100, ainda de mais preferência entre 0,5 e 50 mg de KOH/g de polímero.

[0060] A quantidade de agente de modificação empregado depende da atividade do mesmo e das exigências impostas no caso individual e fica, de preferência específica, na faixa a partir de 0,05 até 30 por cento em peso, com base na quantidade total de microgel de borracha empregada, e de 0,5 a 10 por cento em peso, com base na quantidade total de gel de borracha.

[0061] As reações de modificação podem ser executadas em temperaturas de 0 a 180°C, de preferência de 20 a 95°C, de modo opcional sob uma pressão de 100 KPa a 3 MPa (1 a 30 bar). As modificações podem ser executadas nos microgéis de borracha em substância ou na forma de suas dispersões, sendo possível a utilização de solventes orgânicos inertes ou também de água como o meio de reação neste último caso. A modificação é executada, de preferência específica, em uma dispersão aquosa da borracha reticulada.

[0062] O uso de microgéis não-modificados é de preferência, de forma específica, no caso de composições de acordo com a invenção que são usadas para serem incorporadas dentro de borrachas não-polares ou materiais termoplásticos não-polares, tais como, por exemplo, polipropileno, polietileno e copolímeros de bloco com base em estireno, butadieno e isopreno (SBR, SIR) e copolímeros em bloco hidrogenados de isopreno/ estireno (SEBS) e TPE-Os e TPE-Vs conven-

cionais, etc.

[0063] O uso de microgéis modificados é de preferência específica no caso de composições de acordo com a invenção que são usadas para a incorporação dentro de borrachas polares ou materiais termoplásticos polares (A), tais como, por exemplo, PA, TPE-A, PU, TPE-U, PC, PET, PBT, POM, PMMA, PVC, ABS, PTFE, PVDF, etc.

[0064] O diâmetro médio dos microgéis preparados pode ser ajustado com um alto grau de precisão, por exemplo, até 0,1 micrômetro (100 nm)  $\pm$  0,01 micrômetro (10 nm), de tal forma que, por exemplo, uma distribuição de tamanho de partícula na qual pelo menos 75% de todas as partículas de microgel estão entre 0,095 micrômetro e 0,105 micrômetro de tamanho é conseguida. Outros diâmetros médios dos microgéis, especificamente na faixa entre 5 até 500 nm, podem ser estabelecidos com a mesma precisão (pelo menos 75% em peso de todas as partículas ficam em torno do máximo da curva de distribuição de tamanho de partícula integrada (determinada por dispersão de luz) em uma faixa de  $\pm$  10% acima e abaixo do máximo) e empregados. Como resultado, a morfologia dos microgéis dispersos na composição de acordo com a invenção pode ser ajustada com praticamente "precisão infinitesimal" e as propriedades da composição de acordo com a invenção e dos plásticos preparados a partir das mesmas, por exemplo, podem ser ajustadas.

[0065] Os microgéis preparados dessa maneira, de preferência com base em BR, SBR, NBR, SNBR ou acrilonitrila ou ABR, podem ser trabalhados, por exemplo, através de evaporação, coagulação, por co-coagulação com um outro polímero de látex, por coagulação por congelamento (cf. a US-PS 2187146), ou por secagem por atomização. Auxiliares de fluxo comercialmente disponíveis tais como, por exemplo,  $\text{CaCO}_3$  ou sílica, também podem ser adicionados no caso do trabalho por secagem por atomização.

[0066] Em uma modalidade de preferência da composição de acordo com a invenção, o microgel (B) é com base em borracha.

[0067] Em uma modalidade de preferência da composição de acordo com a invenção, o microgel (B) é modificado por grupos funcionais que são reativos com relação às ligações duplas C=C.

[0068] Em uma modalidade de preferência, o microgel (B) tem um índice de inchação em tolueno a 23°C de 2 até 15.

[0069] A composição de acordo com a invenção tem de preferência uma viscosidade de 2 mPas até 50.000.000 mPas, de mais preferência 50 mPas até 3.000 mPas em uma velocidade de 5 s<sup>-1</sup>, medida com um viscosímetro de cone-placa de acordo com a DIN 53018, a 20°C.

Meio orgânico não-reticulável (A).

[0070] A composição de acordo com a invenção compreende pelo menos um meio orgânico (A) que apresenta uma viscosidade em uma temperatura de 120°C inferior a 30.000 mPas, de mais preferência inferior a 1.000 mPas, de mais preferência inferior a 200 mPas, de mais preferência inferior a 100 mPas, ainda de mais preferência inferior a 20 mPas a 120°C.

[0071] Esse meio é de líquido a sólido, de preferência líquido ou que possa fluir em temperatura ambiente (20°C).

[0072] Meio orgânico no contexto da invenção significa que o meio contém pelo menos um átomo de carbono.

[0073] Os meios não-reticuláveis no contexto da invenção são entendidos como significando, especificamente, aqueles meios que não contêm grupos que possam ser reticulados através de grupos funcionais que contenham heteroátomos ou grupos C=C, tais como, especificamente, os monômeros ou os pré-polímeros convencionais que são reticulados ou polimerizados de uma maneira convencional por meio de radicais livres, com raios UV, por meio de calor e/ou pela poli-

adição ou policondensação com a adição de agentes de reticulação (como por exemplo poliisocianatos, poliaminas, anidridos ácidos), etc., com a formação de oligômeros ou de polímeros na maneira convencional. De acordo com a invenção, os meios orgânicos, não-reticuláveis, que podem ser usados também são aqueles meios que de fato contenham, por exemplo, determinados conteúdos de ligações não-saturadas (determinados óleos de poliéster, óleo de semente de colza) ou grupos hidroxila (poliéteres), porém não são reticulados ou polimerizados para a formação de oligômeros ou polímeros de maneira convencional. Os meios não-reticuláveis são, de forma específica, também solventes, especificamente aqueles de acordo com a DIN 55 945.

[0074] Os meios não-reticuláveis (A) são de preferência meios não-reticuláveis que são líquidos em temperatura ambiente (20°C), especificamente hidrocarbonetos (lineares, ramificados, cíclicos, saturados, não-saturados e/ou hidrocarbonetos aromáticos, que tenham de 1 até 200 átomos de carbono, que possam ser substituídos opcionalmente por um ou mais substituintes escolhidos a partir de halogênios, tais como cloro, flúor, hidroxila, oxo, amina, carboxila, carbonila, aceto ou amido), hidrocarbonetos sintéticos, óleos de poliéter, óleos de éster, ésteres do ácido fosfórico, óleos que contenham silicone e hidrocarbonetos ou halocarbonetos (ver, por exemplo, Ullmanns Ezyklopädie der technischen Chemie, Verlag Chemie Weinheim, volume 20, (1981) 457 e seg., 504, 507 e seg., 517/518, 524). Esses meios não-reticuláveis (A) são distinguidos de forma específica por viscosidades de 2 até 1.500 mm<sup>2</sup>/s (cSt) a 40°C. Os meios não-reticuláveis (A) são, de preferência meios não-reticuláveis que são líquidos em temperatura ambiente (20°C), especificamente solventes de acordo com a DIN 55 945, tais como xileno, nafta solvente, metil-etil cetona, acetato de metoxipropila, N-metilpirrolidona e sulfóxido de dimetila.

[0075] Os hidrocarbonetos sintéticos são obtidos através da polimerização de olefinas, condensação de olefinas ou cloro parafinas com aromáticos, ou condensação desclorinante de cloro parafinas. Os exemplos dos óleos de polímero são os polímeros de etileno, os polímeros de propileno, os polibutenos, os polímeros de olefinas mais elevadas e os aromáticos de alquila. Os polímeros de etileno tem pesos moleculares entre 400 e 2.000 g/mol. Os polibutenos tem pesos moleculares entre 300 e 1.500 g/mol.

[0076] No caso dos óleos de poliéter, é feita uma distinção entre os óleos de poliéter alifáticos, polialquilenos glicóis, de modo específico, polietileno e polipropileno glicóis, copolímeros dos mesmos, os seus mono e di-éteres e éster-éteres e diésteres, óleos de polímero de tetraidrofurano, éteres de perflúor polialquilas e éteres de polifenila. Os éteres de perfluorpolialquilas apresentam pesos moleculares de 1.000 a 10.000 g/mol. Os óleos de poliéter alifático apresentam viscosidades de 8 até 19.500 mm<sup>2</sup>/s a 38°C.

[0077] Os éteres de polifenila são preparados através da condensação de fenolatos de metal alcalino com halobenzenos. O éter de difenila e os seus derivados de alquila também são usados.

[0078] Os exemplos de óleos de éster são os ésteres de alquila do ácido adípico, sebacato de bis(2-etilhexila) e sebacato de bis-(3,5,5-trimetilhexila) ou adipato, bem como os ésteres de ácidos graxos de ocorrência natural com álcoois mono ou polifuncionais, tais como o oleato de TMP. Os óleos de éster que contém flúor formam outra classe. No caso dos ésteres do ácido fosfórico, é feita uma distinção entre os fosfatos de triarila, trialquila e alquilarila. Os exemplos são o fosfato de tri-(2-etilhexil) e o fosfato de bis(2-etilhexila) fenila.

[0079] Os óleos que contêm silicone são os óleos de silicone (polímeros da série de alquil e arilsiloxanos) e os silicatos.

[0080] Os exemplos de meios orgânicos não-reticuláveis, renováveis



veis, são o óleo de semente de colza e o óleo de semente de girassol.

[0081] Os hidrocarbonetos e os halocarbonetos incluem as parafinas cloradas, tais como os óleos de polímero de clorotrifluoretileno e hexafluorbenzeno.

[0082] Os solventes (não-reativos) de acordo com a DIN 55 945 são o hexano, as benzinhas de faixa de ebulição especificada, álcool mineral, xileno, nafta solvente, bálsamo de terebintina, metil-etil cetona, metil-isobutil cetona, metil-amil cetona, isoforona, acetato de butila, acetato de 1-metoxipropila, acetato de butil-glicol, acetato de etil-diglicol e N-metil pirrolidona (Brock, Thomas, Groteklaes, Michael, Mischke, Peter, Lehrbuch der Lacktechnologie, Curt R. Vincentz Verlag Hannover (1998) 93 e seg.).

[0083] Os meios não reticuláveis de preferência específica incluem os poliéteres, como, por exemplo, o Baylube 68CL, óleos naftênicos, por exemplo, Nynas T 110, parafínicos, óleos minerais altamente refinados, por exemplo, Shell Catenex S 932, óleos de éster, por exemplo, Methyl Ester SU e óleos com base em matérias-primas renováveis, por exemplo, o óleo de sementes de colza refinado.

[0084] Os meios não-reticuláveis (A) de preferência específica são uma grande classe de hidrocarbonetos, os óleos de poliéter e os solvente de acordo com a DIN 55 945.

[0085] As composições de acordo com a invenção contém, de preferência, de 0,5 até 90% em peso, de mais preferência de 1 a 40% em peso, ainda de mais preferência de 2 a 3% em peso de microgel (B) com base na quantidade total da composição.

[0086] A composição de acordo com a invenção, além disso, contém, de preferência de 10 a 99,5% em peso, de mais preferência de 40 a 97% em peso, ainda de mais preferência de 50 a 95% em peso, além disso, de mais preferência de 60 até 95% em peso do meio orgânico (A)

[0087] A composição de acordo com a invenção compreende, de preferência, o meio orgânico não-reticulável (A) e o microgel (B) e de modo opcional os outros componentes mencionados abaixo. A presença da água não é de preferência e as composições de acordo com a invenção contém, de preferência, menos do que 0,8% em peso, ainda de mais preferência menos do que 0,5% em peso de água. A presença da água é de mais preferência excluída ( $< 0,1$  % em peso). Este último, é, de um modo geral, o caso das composições de acordo com a invenção devido à preparação das mesmas.

[0088] A composição de acordo com a invenção pode compreender, adicionalmente, enchimentos, pigmentos e aditivos, tais como auxiliares de dispersão, desaeradores, agentes de fluxo, promotores de fluxo, substâncias auxiliares para o umedecimento do substrato, promotores de adesão, agentes antideposição, substâncias auxiliares para o controle do umedecimento do substrato ou para o controle da condutibilidade, substâncias auxiliares para o controle da estabilidade da tonalidade da cor, do brilho e da flutuação, inibidores de oxidação, depressores do ponto de fluidez, aditivos de alta pressão, agentes de prevenção da formação de espuma, desemulsificadores, aditivos de proteção contra o desgaste, aditivos de proteção contra corrosão, desativadores de metais não-ferrosos, modificadores do coeficiente de fricção, etc..

[0089] Os aditivos mencionados podem ser especificamente incorporados nas composições da invenção de forma uniforme de acordo com a invenção, o que por sua vez leva a uma melhoria no produto preparado a partir dos mesmos, tais como as composições de polímero, lubrificantes, etc..

[0090] Os pigmentos e enchimentos especificamente adequados para a preparação das composições de acordo com a invenção, que compreende o meio não-reticulável (A) e os plásticos que contêm mi-

crogel preparados a partir das mesmas, são, por exemplo, os pigmentos orgânicos e inorgânicos, enchimentos de silicato, tais como o caulim, talco, carbonatos, tais como o carbonato de cálcio e dolomita, sulfato de bário, óxidos de metal, tais como o óxido de zinco, óxido de cálcio, óxido de magnésio e óxido de alumínio, sílicas altamente dispersas (sílicas precipitadas e preparada termicamente), hidróxidos de metal, tais como o hidróxido de alumínio e hidróxido de magnésio, fibras de vidro e produtos de fibra de vidro (lascas, cordões ou microcontas de vidro), fibras de carbono, fibras termoplásticas (poliamida, poliéster ou aramida), géis de borracha com base em policloropreno e/ou polibutadieno, ou também outras partículas de gel descritas anteriormente que tenham um alto grau de reticulação e um tamanho de partícula de 5 até 1.000 nm.

[0091] Os enchimentos mencionados podem ser empregados por si próprios ou em uma mistura, em uma modalidade de preferência específica do processo, de 0,5 até 3,0 partes em peso de um gel de borracha (B), opcionalmente em conjunto com de 0,1 a 40 partes em peso de enchimentos, re de 30 a 99,5 partes em peso do meio líquido não-reticulável (A) são empregados para a preparação das composições de acordo com a invenção.

[0092] As composições de acordo com a invenção podem compreender outras substâncias auxiliares, tais como agentes antienvhecimento, estabilizadores de calor, estabilizadores de luz, agentes de proteção contra ozônio, auxiliares de processamento, plastificantes, agentes de pegajosidade, agentes de insuflação, materiais corantes, ceras, prolongadores, ácidos orgânicos e ativadores de enchimento, tais como, por exemplo, trimetoxissilano, polietileno glicol e outros que são conhecidos nas indústrias descritas.

[0093] As substâncias auxiliares são empregadas nas quantidades convencionais, que dependem, *inter alia*, do uso pretendido. As quan-

tidades convencionais são, por exemplo, de 0,1 até 50% em peso, com base nas quantidades de meio líquido (A) empregadas e do gel de borracha (B) empregado.

[0094] Em uma modalidade de preferência, a composição de acordo com a invenção é preparada através da mistura de pelo menos um meio orgânico não-reticulável (A) que tenha uma viscosidade inferior a 30.000 mPas em uma temperatura de 120°C e pelo menos um pó seco de microgel (B) de preferência em menos do que 1% em peso, ainda de mais preferência inferior a 0,5% em peso de conteúdos voláteis (não são usados nenhum látex de microgel durante a mistura dos componentes (A) e (B)) que não seja reticulado através de radiação de alta energia, por meio de um homogeneizador, um moinho de contas, um moinho de cilindros triplos, um extrusor de hélice única ou de hélices múltiplas, um amassador e/ou um dissolvedor, de preferência por meio de um homogeneizador, um moinho de contas, um moinho de cilindros triplos.

[0095] Com relação à viscosidade da composição a ser preparada, o amassador, no qual de preferência somente as composições de muito alta viscosidade (quase sólidas ou sólidas) podem ser empregadas, é o mais limitado, isto é, só pode ser usado em casos especiais.

[0096] As desvantagens do moinho de contas são a faixa de viscosidade comparativamente limitada (tendendo para composições finas), alto desembolso na limpeza, mudança de produto dispendiosa das composições que podem ser usadas, bem como da abrasão das bolas e do aparelho de trituração.

[0097] A homogeneização das composições de acordo com a invenção é executada, de preferência específica, por meio de um homogeneizador ou um moinho de triplo cilindro. As desvantagens do moinho de cilindro triplo são a faixa de viscosidade comparativamente limitada (tendendo a composições muito espessas), baixa produção e

procedimento de operação não-fechado (segurança de trabalho fraca). A homogeneização das composições de acordo com a invenção é por essas razões executada de preferência por meio de um homogeneizador. O homogeneizador permite que sejam processadas composições finas e espessas em uma produção final elevada (alta flexibilidade). As mudanças de produto podem ser tomadas de forma comparativamente rápida e sem problemas.

[0098] É surpreendente e novo que os microgéis (B) possam ser dispersos em meio orgânico não-reticulável; a dispersão que tinha sido feita com sucesso até as partículas primárias é especificamente surpreendente (ver os exemplos).

[0099] A dispersão dos microgéis (B) em meio líquido (A) é realizada em um homogeneizador na válvula de homogeneização (ver a Figura 1).

[00100] No processo de acordo com a invenção que é de preferência empregado, os aglomerados são divididos em agregados e/ou partículas primárias. Os aglomerados são unidades que podem ser separadas de forma física durante a dispersão da qual não acontece nenhuma mudança de tamanho das partículas primárias.

[00101] O produto a ser homogeneizado entra na válvula de homogeneização em uma velocidade baixa e é acelerado para velocidades mais altas na abertura de homogeneização. A dispersão tem lugar depois da abertura, principalmente na base de turbulências e cavitação (William D. Pandolffe, Peder Baekgaard, Marketing Bulletin of APV Homogeniser Group – "High-pressure homogenisers processes, product and applications").

[00102] A temperatura da composição de acordo com a invenção na introdução dentro do homogeneizador é de forma conveniente de -40 a 140°C, de preferência de 20 a 80°C.

[00103] A composição de acordo com a invenção a ser homogenei-

zada é homogeneizada de forma conveniente no aparelho sob uma pressão de 2 até 400 MPa (de 20 até 4.000 bar), de preferência de 10 até 400 MPa (de 100 até 4.000 bar), de preferência de 20 até 400 MPa (de 200 até 4.000 bar), é preferência de 20 até 200 MPa (de 200 até 2.000 bar), de muita preferência de 50 até 150 MPa (de 500 até 1500 bar). O número de passagens depende da qualidade de dispersão desejada e pode variar entre uma e 20, de preferência entre uma e 10, de mais preferência de uma a quatro passagens.

[00104] As composições preparadas de acordo com a invenção apresenta uma distribuição de partículas especificamente fina que é conseguida de forma específica com o homogeneizador, o que também é extremamente vantajoso com relação a flexibilidade do processo com relação às viscosidades variantes do meio líquido e das composições resultantes e a temperatura necessária, bem como a qualidade de dispersão.

[00105] A invenção, além disso, se refere ao uso da composição de acordo com a invenção para a preparação de polímeros e de plásticos que contem microgel, como explicado acima.

[00106] Se as composições de acordo com a invenção forem incorporadas dentro de polímeros termoplásticos, é revelado, de forma completamente surpreendente, que são obtidos polímeros que contem microgel que se comportam como elastômeros termoplásticos.

[00107] A invenção também se refere a artigos moldados e a revestimentos produzidos a partir dos mesmos através de processos convencionais.

[00108] A invenção é explicada em maior detalhe com referencia aos exemplos que se seguem. Naturalmente, a invenção não está limitada a esses exemplos.

## **Exemplos**

### **Exemplo 1: Gel SBR em Nynas T110**

[00109] No exemplo 1 descrito no que se segue, é mostrado que as composições de acordo com a invenção que exibem características reológicas específicas, tais como viscosidade estrutural, tixotropia e, aproximadamente, propriedades de fluxo Newtonianas, são obtidas com a utilização de microgéis com base em SBR.

[00110] O uso da composição de acordo com a invenção como um aditivo reológico e/ou funcional, *inter alia*, emerge a partir disto. Os microgéis que tem pouca influência sobre a viscosidade, os que quer dizer que em uma primeira abordagem exibem propriedades de fluxo Newtonianas, tem pré-requisitos favoráveis para o uso das misturas de acordo com a invenção em borracha ou plástico. Os microgéis que influenciam bastante a viscosidade, o que quer dizer mostram viscosidade estrutural ou propriedades de fluxo de tixotropia são adequados de forma específica para serem usados nas misturas de acordo com a invenção em graxas.

[00111] A composição é mostrada na tabela que se segue:

1.	Nynas T 110	80%
2.	Micromorf 1P ou 5P	20%
Total		100%

[00112] O Nynas T 110 é um óleo naftênico hidrogenado de Nynas Naphtenios AB.

[00113] Micromorph 5P é um gel de borracha reticulado que tem um número OH de 4 com base na SBR da Rhein Chemie Rheinau GmbH. O Micromorph 5P compreende 40% em peso de estireno, 57,5% em peso de butadieno e 2,5% em peso de peróxido de dicumila.

[00114] O Micromorph 1P é um gel de borracha reticulado com a superfície modificada com base na SBR da Rhein Chemie Rheinau GmbH. O Micromorph 1P compreende 80% em peso de estireno, 12% em peso de butadieno, 5% em peso de dimetacrilato de etileno glicol (EGDMA) e 3% em peso de metacrilato de hidroxietila (HEMA).

[00115] Os dados característicos dos géis de SBR estão resumidos na Tabela 1.

Tabela 1: Propriedades dos microgéis Micromorph 1P e 5P.

Produto	Tipo de gel					
		$d_{50}$ (nm)	Tg (°C)	Teor de gel (% em peso)	Número OH mg KOH/g	Número ácido mg KOH/g
Micromorph 1P	SBR	69	56	96	41	0,4
Micromorph 5P	SBR	50	nenhum	92	4	0,7

[00116] As abreviaturas na tabela apresentam os seguintes significados:

[00117] DCP: peróxido de dicumila

[00118]  $d_{50}$ : O diâmetro  $d_{50}$  é definido de acordo com a DIN 53 206 como a medida. Neste caso, ele é o diâmetro médio de partícula das partículas no látex. O diâmetro das partículas no látex foi determinado aqui por meio de ultracentrifugação (W. Scholtan, H. Lange, "Bestimmung der Teilchengrößenverteilung der Latexes mit der Ultrazentrifuge", Kolloid-Zeitschrift und Zeitschrift für Polymere (1972) volume 250, capítulo 8). Os valores do diâmetro no látex e com relação às partículas primárias nas composições de acordo com a invenção são praticamente os mesmos, uma vez que o tamanho das partículas das partículas de microgel não muda durante a preparação da composição de acordo com a invenção.

Tg: Temperatura de transição vítrea

[00119] Para a determinação da Tg e  $\Delta T_g$ , é usado o aparelho DSC-2 d Perkin-Elmer.

Índice de inchação QI

[00120] O índice de inchação é calculado a partir do peso do microgel inchado que contém o solvente em tolueno a 23°C, durante 24 ho-



ras, e o peso do microgel:

[00121]  $Q_i$  – peso úmido do microgel/peso seco do microgel.

[00122] Para a determinação do índice de inchação, 250 mg do microgel são inchados em 25 ml de tolueno durante 24 horas, com agitação. O gel inchado (úmido) com tolueno é pesado depois da centrifugação a 20.000 rpm e, em seguida, seco até um peso constante a 70°C e de novo pesado.

Número OH (número de hidroxila).

[00123] O número OH (número de hidroxila) é determinado de acordo com a DIN 53 240 e corresponde a quantidade de KOH em mg que é equivalente a quantidade de ácido acético que é liberada durante a acetilação de 1 g de substância com anidrido acético.

Número ácido.

[00124] O número ácido é determinado de acordo com a DIN 53402 como já mencionado acima e corresponde a quantidade de KOH em mg que é necessária para a neutralização de um g do polímero.

Conteúdo de Gel.

[00125] O conteúdo de gel corresponde ao conteúdo que é insolúvel em tolueno a 23°C. O conteúdo de gel é dado pelo quociente do resíduo seco e a quantidade pesada e é declarado em percentagem em peso.

Exemplo de Preparação 1 para o Micromorph 1P.

[00126] O Micromorph 1P é um microgel com base em SBR modificado com hidroxila, preparado através da polimerização da emulsão direta com a utilização do comonômero de reticulação dimetacrilato de etileno glicol.

[00127] 325 g do sal de Na de um ácido alquil sulfônico de cadeia longa (330 g Mersolat K30/95 da Bayer AG) e 235 g do sal de Na de ácido naftaleno sulfônico ligado com metileno (Baykanol PQ da Bayer AG) são dissolvidos em 18,71 kg de água e a solução é inicialmente

introduzida dentro de uma autoclave de 40 litros. A autoclave é evacuada e carregada 3 vezes com nitrogênio. Em seguida, 8,82 kg de estireno, 1,32 kg de butadieno, 503 g de dimetacrilato de etileno glicol (90% puro), 314 g de metacrilato de hidroxietil (96%) e 0,75 g de éter de monometila hidroquinona são adicionados. A mistura de reação é aquecida para 30°C enquanto é agitada. Uma solução aquosa consistindo em 170 g de água, 1,69 g de ácido etilenodiamina tetraacético (Merck-Schuchardt), 1,35 g de sulfato de ferro (II)\* 7H<sub>2</sub>O, 3,47 g de Rongalit C (Merck-Schuchardt) e 5,24 g de fosfato trissódio 12H<sub>2</sub>O são em seguida introduzidos. A reação é iniciada através da adição da solução aquosa de 2,8 g de hidroperóxido de p-mentano (Trigonox NT 50 da Akzo-Degussa) e 10,53 g de Mersolat K 30/95, dissolvidos em 250 g de água. Depois de um tempo de reação de cinco horas, a mistura é pós-ativada com uma solução aquosa que consiste em 250 g de água na qual 10,53 g de Mersolat K30/95 e 2,8 g de hidroperóxido de p-mentano (Trigonox NT 50) são dissolvidos. Quando é alcançada uma conversão de polimerização de 95 a 99%, a polimerização é interrompida através da adição de uma solução aquosa de 25,53 g de dietil hidroxilamina, dissolvida em 500 g de água. Em seguida, os monômeros não reagidos são removidos do látex por retirada com vapor. O látex é filtrado e, como no Exemplo 2 da US 6.399.706, é adicionado um estabilizador e o produto é coagulado e seco.

[00128] O Micromorph 5P é preparado de forma análoga. Os pós secos de microgel Micromorph 1P e Micromorph 5P adicionalmente processados de acordo com a invenção foram obtidos a partir do látex por secagem por atomização

[00129] Para a preparação da composição de acordo com a invenção o Nynas T 110 foi inicialmente introduzido dentro do recipiente de preparação e o Micromorph 5P foi adicionado enquanto era agitado por meio de um dissolvedor. A composição foi passada através de um

homogeneizador quatro vezes sob 95 MPa (950 bar).

[00130] O homogeneizador de laboratório de alta pressão APV 1000 da Ivensys foi usado como o homogeneizador.

[00131] As propriedades reológicas da composição foram determinadas com um reômetro MCR300 da Physica. Um sistema de conecção, CP25-1, foi usado como o corpo de medição. As medições foram executadas a 20°C.

[00132] Alguns resultados das medições para a composição de 80% de Nynas T 110 e 20% de Micromorph 1P e de Micromorph 5P estão mostrados na Tabela 2 que se segue.

[00133] As graxas Li-12OH, um produto semi-acabado, e E301 (15%), um produto de laboratório da RheinChemie Rheinau GmbH, também foram medidos como uma comparação.

[00134] As viscosidades  $\eta$  que foram medidas em velocidades de cisalhamento  $\dot{\gamma}$  de 5 s<sup>-1</sup>, 100 s<sup>-1</sup>, 1000 s<sup>-1</sup>, 3000 s<sup>-1</sup>, e 0,1 s<sup>-1</sup>, estão mostradas na Tabela. A medição foi realizada com um programa de medição no qual os valores de medição (viscosidades dinâmicas  $\eta$ , etc.) foram registradas na sequência dada acima. O quociente  $\eta(\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1}) / \eta(\dot{\gamma} = 3000 \text{ s}^{-1})$  foi definido como uma medida arbitrária da ação de aumento da viscosidade do microgel.

[00135] A composição de 80% de Nynas T 110 e 20% de Micromorph 5P que foi passada através do homogeneizador quatro vezes sob 95 MPa (950 bar) mostra propriedades reológicas que podem ser comparadas com aquelas da Li-120H AK33 ou E3-1, isto é, o Micromorph 5P é adequado como uma matéria prima para a preparação de graxas.

[00136] Os valores na Tabela 2 mostram de forma muito clara que diversas propriedades reológicas podem ser alcançadas com os microgéis.

Tabela 2. Caracterização reológica de Micromorph 1P e 5P (em cada caso a 20% em peso) em Nynas T 110, 20°C, com a placa CP 25-1.

Nome	Características	$\eta$ $\dot{\gamma} = 5 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $\dot{\gamma} = 1000 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $\dot{\gamma} = 3000 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta(\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1})$ [ ]	Comentários
LH20H	0,0535 s <sup>-1</sup> no mesmo 0,1 s <sup>-1</sup>	375	23,3	3,9 <sup>a</sup>		7,960	2,023 <sup>35</sup>	Grava de exem- plar de produto (produto semi- acabado), visco- sidade baixa, com um pouco de res- íduo muito tior- ópica
ES01 (15%)	0,15 s <sup>-1</sup> ao invés de 0,1 s <sup>-1</sup>	83	14,6	6,6 <sup>a</sup>		2,420	398 <sup>31</sup>	Grava de exem- plar de produto (produto semi- acabado), visco- sidade baixa, com um pouco de res- íduo muito tior- ópica
AE266485 <sup>(1)</sup>	M 1P/0X96 MPa (950 bar)	23,4	5,1	3,45	2,3	1,350	391	
AE266485 <sup>(1)</sup>	M 1P/0X96 MPa (950 bar)	1,81	1,42	1,24	1,11	5,9	5	Propriedades de Newtonianas
AE266485 <sup>(1)</sup>	M 1P/2X96 MPa (950 bar)	2,3	1,77	1,34	1,20	1,98	1,5	Propriedades de Newtonianas
AE266485 <sup>(1)</sup>	M 1P/0X96 MPa (950 bar)	3,9	2,01	1,42	1,25	1,72	1,2	Levemente tior- ópica
AE266485 <sup>(1)</sup>	M 1P/0X96 MPa (950 bar)	9,3	2,80	1,71	1,46	3,3	2	Tiorópica

(continuação)

Nome	Características	$\eta$ $v = 5 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $v = 100 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $v = 1000 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\eta$ $v = 3000 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\frac{\eta}{\eta'}$ $\eta' = 0.1 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	$\frac{\eta}{\eta''}$ $\eta'' = 0.1 \text{ s}^{-1}$ [Pa.s]	Comentários
AE25948®	M 4P/X305 MFi (950 bar)	11,9	1,94	1,55	1,36	2,12	1,3	
AE25948®	M 5P1/X35 MFi (950 bar)	6,8	5,4	3,8	2,4	2150	563	Viscosidade es- tutural
AE25948®	M 4P/X305 MFi (950 bar)	15,6	6,0	3,6	2,34	1750	469	Viscosidade es- tutural
AE25948®	M 4P/X305 MFi (950 bar)	33	6,5	3,6	2,36	1590	444	Viscosidade es- tutural
AE25948®	M 5P/X35 MFi (950 bar)	5,7	7,7	3,6	2,40	1720	475	Viscosidade es- tutural, não mu- ta

20% em peso de Micromorph 5P em Nynas T 110

20% em peso de Micromorph 5P em Nynas T 110

 $\eta (\nu' = 0,1 \text{ s}^{-1}) / (\eta (\nu' = 1000 \text{ s}^{-1}))$

[00137] Os valores medidos mostram um espessamento que, com a escolha adequada da combinação de microgel/lubrificante a partir do ponto de vista da reologia, permite de forma surpreendente a preparação de graxas lubrificantes.

[00138] Além disso, as propriedades reológicas podem ser controladas com os microgéis no meio líquido descrito. As composições de acordo com a invenção são de interesse específico como espessantes, como agentes para prevenir o corrimento e o assentamento, e como um aditivo reológico.

[00139] As composições descritas ou as composições similares podem ser usadas de forma vantajosa em graxas lubrificantes, vernizes e tintas, adesivos, borracha, plásticos e revestimentos com gel, ou como elastômeros termoplásticos.

[00140] As composições preparadas no Exemplo 1 podem ser usadas de forma específica e vantajosa em graxas lubrificantes. Nessas graxas, elas levam a propriedades especificamente favoráveis, tais como uma alta tixotropia ou uma viscosidade estrutural.

[00141] Outras propriedades muito vantajosas, que são co-introduzidas dentro dos sistemas específicos através dos microgéis, podem ser observadas a partir dos exemplos que se seguem.

[00142] **Exemplo 2: Transparência e separação de fases bem como propriedades reológicas e tribológicas dos lubrificantes a partir de combinações de 2% de microgel – óleo lubrificante.**

[00143] No Exemplo 2 descrito no que se segue, é mostrado que composições de acordo com a invenção, que exibem características específicas com relação à transparência e estabilidade com relação à separação, são obtidas com a utilização de microgéis com base em SBR e NBR.

[00144] A composição é mostrada na tabela que se segue:

1. Óleo lubrificante	98%
2. Microgel	2%

Total 100%

[00145] Shell Catenex S 932 é um óleo mineral parafrínico altamente refinado da Deutsche Shell GmbH.

[00146] Shell Gravex 921 é um óleo hidrogenado fabricado com base em nafteno da Shell & DEA Oil GmbH.

[00147] Metil Éster SU é um éster de metila (Rada 7961) da Oleon NV.

[00148] Silicone Oil M350, é um polidimetilsiloxano da Bayer MaterialScience AG.

[00149] Baylube 68CL é um poliéter da RheinChemie Rheinau GmbH.

[00150] Os microgéis OBR 1210 e OBR 1212 são géis de borracha de superfície modificada, reticulados com base em SBR da RheinChemie Rheinau GmbH. O Micromorph 4P é um gel de borracha reticulado que não tem a superfície modificada e é baseado em SBR, da RheinChemie Rheinau GmbH.

[00151] O OBR 1310D é um gel de borracha reticulado, de superfície modificada com base em NBR (Tab. 3). Os microgéis são preparados através de um procedimento análogo aquele descrito no Exemplo 1 para o Micromorph 1P.

Tabela 3. Composição dos microgéis OBR 1210, OBR 1212, OBR 1310D e Micromorph 4P.

Nome	Acrlonitri-la	Butadie-no	Estire-no	TMPT-MA	HE-MA	Comentá-rios
OBR 1210	0	51,6	34,4	12,5	1,5	-
OBR 1212	0	46,5	31	12,5	10	-
O- BR1310D	23,8	61,2	0	5	10	-
Micromor- ph 4P						Como Mi- cromorph 5P, porém 1,5 DCP <sup>(1)</sup>

[00152] Os dados característicos dos géis SBR e do gel NBR estão resumidos na tabela 4.

Tabela 4. Propriedades de OBR 1210, OBR 1212, OBR 1310D e Micromorph 4P.

Microgel	Tipo do gel	Dados analíticos							Nível T <sub>g</sub> DSC2ª alto [°C]		
		D <sub>50</sub> [nm]	S <sub>ABmax</sub> [m <sup>2</sup> /g]	Densidade da partícula [g/cm <sup>3</sup> ]	T <sub>g</sub> [°C]	QI [%peso]	QI	Número OH [MG KOH/g]		Número ácido	
	OBR 1210	SBR	60	102	0.993	-20.0	95.4	4.9	4	1.1	-
	OBR 1212	SBR	55	107	1.017	-5.0	98.2	4.4	42	1.7	-
	OBR 1310D	NBR	78	80	0.992	-25.0	99.4	4.9	32	1.3	11.0
	Micromorph 4P	SBR	57	111	-	-15.0	94.6	9.0	6	6	-



[00153] As abreviaturas da tabela tem os significados que se seguem:

[00154]  $SA_{\text{spec}}$ : área específica de superfície em  $m^2/g$

Faixa de transição vítrea:

[00155] A faixa de transição vítrea foi determinada como descrito acima.

[00156] De outra forma veja o Exemplo 1.

Controle da homogeneidade:

[00157] As amostras foram testadas visualmente com relação à separação uma semana depois da preparação.

Controle de transparência:

[00158] A transparência das amostras foi checada visualmente. As amostras que exibiram separação ou floculação foram agitadas antes da avaliação.

Preparação das composições de acordo com a invenção.

[00159] Para a preparação das composições de acordo com a invenção, os óleos lubrificantes específicos foram inicialmente introduzidos no recipiente de preparação e o microgel específico foi adicionado, enquanto era agitado por meio de um dissolvedor. A mistura foi deixada em repouso durante pelo menos um dia e em seguida processada com o homogeneizador. A composição de acordo com a invenção foi introduzida dentro do homogeneizador em temperatura ambiente e passada através do homogeneizador seis vezes em uma operação de batelada sob de 90 a 100 MPa (900 a 1.000 bar). Durante a primeira passagem a pasta de microgel se aquece para aproximadamente 40°C e durante a segunda passagem para aproximadamente 70°C. Em seguida, a pasta de microgel foi resfriada para a temperatura ambiente por ser deixada em repouso, e a operação foi repetida até que seis passagens tenham sido conseguidas.

[00160] As propriedades reológicas da composição foram determinadas com um reômetro MCR300 da Physica. Um sistema de conoplaça, CP25-1, foi usado como o corpo de medição. As medições foram executadas a 20°C.

[00161] Alguns resultados das medições com relação aos microgéis descritos acima estão mostrados nas Tabelas 5 a 7 que se seguem.

Tabela 5. Turvação e separação dos óleos lubrificantes que contêm microgéis (2% de microgel); temperatura ambiente.

Óleo lubrificante	Microgel	Dispersão	Turvação	Separação de fase
Shell Cate-nex S932	OBR 1212	6 x	leitoso turvo	sem assentamento
	OBR 1310D	6 x	moderadamente transparente	assentamento grave
	Micromorph 4P	6 x	leitoso turvo	assentamento grave
Shell Gravex 921	OBR 1210	6 x	leitoso turvo	assentamento grave
	OBR 1310D	6 x	turvo - moderadamente transparente	assentamento grave
	Micromorph 4P	6 x	leitoso turvo	sem assentamento
Éster metílico SU	OBR 1210	6 x	muito fracamente transparente	sem assentamento
	OBR 1212	6 x	leitoso turvo	sem assentamento
	OBR 1310D	6 x	leitoso turvo	assentamento moderado
	Micromorph 4P	6 x	leitoso turvo	sem assentamento
Óleo de silicone M350	OBR 1210	6 x	leitoso turvo	sem assentamento
	OBR 1310D	6 x	leitoso turvo	assentamento grave
	Micromorph 4P	6 x	leitoso turvo	sem assentamento

[00162] A partir da Tabela 5 pode ser observado que existem muitas composições de acordo com a invenção que por um lado são baseadas em óleos lubrificantes diferentes e por outro lado não se assentam. De modo específico, o Micromorph 4P não mostra assentamento em nenhuma combinação. Isso é surpreendente, uma vez que

somente 2% em peso do microgel foi adicionado.

[00163] Além do mais, foi revelada uma composição que é amplamente transparente e não se separa, a saber, a OBR 1210 em Éster Metílico SU.

[00164] Tabela 6. Caracterização reológica dos óleos lubrificantes que contém microgel; 40°C; sistema de medição cone-placa CP 50-2.

Ligante	Microgel	Homogeneização	Visc. (4 0°C; 5 s <sup>-1</sup> ) [mPas]	Visc. (4 0°C; 1.000 s <sup>-1</sup> ) [mPas]	Visc. (4 0°C; 3.000 s <sup>-1</sup> ) [mPas]	Quociente Visc. ( 5 s <sup>-1</sup> )/ Visc. (3.000 s <sup>-1</sup> ) [mPas]
Éster metílico SU	-	0x	1,83	3,9	5,3	0,35
Éster metílico SU	O-BR1310D (2%)	6x	23,8	5,9	6,4	3,7
Éster metílico SU	Micro-morph 4P	6x	83,8	9,5	8,3	10
Shell Cate-nex S932	-	0x	55	54	53	1,0
Shell Cate-nex S932	OBR1212 (2%)	6x	107	64	60	1,8
Shell Gravex 921	-	0x	19,8	21	21	0,9
Shell Gravex 921	Micro-morph 4P	6x	118	34	30	4,0
Óleo de silicone M350	OBR1210 (2%)	6x	269	244	239	1,1

[00165] A partir dos valores da Tabela 6, a ação reológica dos microgéis, mesmo em uma concentração de dois por cento, pode ser observada com clareza, não obstante, existe uma diferenciação clara em propriedades de fluxo Newtonianas, de viscosidade estrutural e tixotrópicas. O OBR 1210 tem propriedades de fluxo Newtonianas em Óleo de Silicone M350.

[00166] Além do mais, os testes SVR foram realizados para a determinação do coeficiente de fricção (Tabela 7, Figuras 2a e 2b). Os testes SVR foram executados através do método ASTM 5706-97, sendo escolhida uma geometria de placa – anel no lugar de uma geometria de bola – placa:

100 CR anel de aço sobreposto sobre uma placa de aço 100 CR 6

Frequência: 50 Hz

Carga: 300 N (variando como necessário)

Temperatura: 100 °C

Amplitude: 1.500 nm

Duração: 60 minutos

Tabela 7. Teste de SVR sobre as combinações de 2% em peso de microgel (OBR 1210) - óleo lubrificante (Baylube 68CL) ou de Baylube 68CL para comparação; anel-placa.

Carga: 300N	Coeficiente de fricção mínimo $\mu$	Coeficiente de fricção máximo $\mu$	Desgaste da placa	Aparência do local da fricção
anel de aço 100 CR 6/ placa de aço 100 CR 6, sobrepostos 68 CL-1210	0,025	0,087	não pode ser medido	Matriz metálica
Baylube 68CL como uma referência	0,044	0,081	idem	idem

[00167] Pode ser visto, a partir da Tabela 7, que com relação à composição de acordo com a invenção, com OBR 1210/Baylube 68CL

é encontrado um coeficiente de atrito claramente mais baixo se comparado com o óleo lubrificante Baylube 68CL puro. Além do mais, foi revelado que o curso da curva durante a medição é mais suave, o que indica que os microgéis levam a um desgaste mais baixo sobre a superfície da placa de teste.

[00168] O microgel, da mesma forma que os outros microgéis, também tem, de forma surpreendente, propriedades que reduzem o coeficiente de atrito e pode, por essa razão, ser empregado como um modificador do coeficiente de atrito.

**Exemplo 3: Separação de fases e propriedades reológicas e tribológicas dos lubrificantes a partir da combinação de 10%, 15%, 20% e 30% de microgel – óleo lubrificante.**

[00169] No Exemplo 3 descrito no que se segue, é mostrado que podem ser obtidas composições de acordo com a invenção que exibem características específicas com relação à transparência e estabilidade com relação à separação com a utilização de microgéis com base em SBR e NBR. Além disso, é revelado que podem ser obtidas graxas lubrificantes.

[00170] A composição da pasta de microgel é mostrada na tabela que se segue:

1. Óleo lubrificante	90%, 85%, 80%, 70
2. Microgel	10%, 15%, 20%, 30%
Total	100%

[00171] Shell Catenex S 932 é um óleo mineral parafínico altamente refinado da Deutsche Shell GmbH.

[00172] Éster Metilílico SU é um éster de metila (Radia 7961) da Oleon NV.

[00173] Óleo de sementes de colza refinado é um óleo da Cereol Deutschland GmbH que é obtido a partir de matérias-primas renováveis.

[00174] Baylube 68CL é um poliéter da RheinChemie Rheinau GmbH.

[00175] Nynas T 110 é um óleo naftênico hidrogenado da Nynas Naphtehnic AB.

[00176] Os microgéis OBR 1210 e OBR 1212 são géis de borracha reticulados de superfície modificada com base em SBR da RheinChemie Rheinau GmbH. O OBR 1135 e o Micromorph 5P são géis de borracha reticulados que não tem a superfície modificada e são baseados em Br e SBR respectivamente, da RheinChemie Rheinau GmbH.

[00177] O Micromorph 5P está descrito no Exemplo 1. As composições dos microgéis OBR 1210 e OBR 1212 estão descritas no Exemplo 2. O OBR 1135 é um gel de BR; ele compreende 97,5% e 2,5% de peróxido de dicumila. Os microgéis são preparados como descrito no Exemplo 1 para o Micromorph 1P.

[00178] As graxas Li-120H, um produto semi-acabado, e E301 (15%) e M10411, produtos de laboratório da RheinChemie Rheinau GmbH, também foram medidos como comparação.

[00179] Os dados característicos dos microgéis estão resumidos nos Exemplos 1 e 2.

Preparação das composições de acordo com a invenção.

[00180] As composições de acordo com a invenção foram preparadas como já descrito acima. Em desvio disso, uma pressão de ar de 100 a 500 KPa (1 a 5 bar) foi necessária, em determinados casos, para transportar o material para o homogeneizador. A quantidade de passagens é declarada no que se segue.

[00181] As propriedades reológicas foram determinadas com um reômetro MCR300 da Physica. Um sistema de cone-placa, CP 25-1, foi usado como o corpo de medição. As medições foram executadas a 20°C.

[00182] Alguns resultados de medição com relação aos microgéis

descritos acima estão mostrados no que se segue (Tabelas de 6 a 10).

[00183] 20 e 30% de Micromorph 5P/Nynas T 100 exsudam um pouco de óleo lubrificante e são sólidos.

[00184] Somente 30% do OBR 1135 e do OBR 1210/Nynas T 110 exsudam um pouco de óleo lubrificante e são sólidos.

[00185] 20% de OBR 1135/óleo de sementes de colza e 20% de Micromorph 5P/óleo de sementes de colza não exibiram separação na superfície, mesmo depois de um ano e meio. Difícilmente qualquer separação também é exibida com 10% dos mesmos géis em óleo de sementes de colza.

Tabela 6. Caracterização reológica das graxas lubrificantes que contém microgel; 20°C; cone-placa: sistema de medição CP 25-1.

Óleo lubrificante	Micro-gel	Homogeneização	Visc.(2 0° C; 5 s <sup>-1</sup> ) [Pas]	Visc.(2 0° C; 100 s <sup>-1</sup> ) [Pas]	Visc.(2 0° C; 1.000 s <sup>-1</sup> ) [Pas]	Quociente Visc.(5 s <sup>-1</sup> )/ Visc.(1.000 s <sup>-1</sup> ) [I]
Baylube 68CL	O-BR1210 (30%)	6x	172	20,4	5,7	30
Shell Catenex 3302	O-BR1212 (30%)	6x	22,6	4,2	1,4	16

[00186] O ponto de gota, a penetração e a capacidade de separação de óleo foram medidos através do método de acordo com os padrões específicos.

**DIN 51801: Ponto de Gota:**

[00187] O ponto de gota descreve aquela temperatura na qual a primeira gota emerge do material a ser determinado e toca a base do vaso de gotejamento.

**DIN: 51580: Penetração:**

[00188] A penetração é entendida como significando a medição da consistência dos materiais do tipo de pasta ou ceroso-sólido por meio da penetração de um cone cônico de uma cápsula cônica dentro da

amostra. A profundidade da penetração em 1/10 mm é tomada como o valor de penetração P.

[00189] Em uma amostra não-tratada: PU

[00190] Em uma amostra triturada: Pm, 60 (depois de 60 golpes) ou Pm, 100.000 (depois de 100.000 golpes).

DIN 51817: Separação de óleo:

[00191] A separação de óleo é uma medida da estabilidade da matriz de graxa de um líquido de espessamento ou de base. A amostra é pesada com um peso, por exemplo, a 40°C durante um tempo determinado. Por meio disso, um líquido de base emerge da matriz de graxa durante o carregamento. O percentual do conteúdo de líquido de base depois do tempo de carregamento na temperatura referida é determinado.

Tabela 9. Propriedades físicas das combinações de 30% de microgel (Micromorph 5P, OBR 1135, OBR1210) – óleo lubrificante (Baylube 68CL, Metil Éster SU, Nynas T 110, Shell Catenex S932) e graxa PU M10411 e graxa de Lithium 12OH, para comparação.

[00192] Ponto de gota, repouso e penetração forçada.

	Ponto de gota (DIN 51801) [°C]	Penetração PU/ Pm60 (DIN 51580) [1/10 mm]	Penetração Pm, 60.000 [1/10 mm]
Graxa Li-12OH	186	188/190	241
Éster metílico SU – Micromorph 5P (30%)	177	215/214	249
Baylube 68CL – OBR1210 (30%)	174/137	238/247	238
Nynas T 110 – OBR 1135 (30%)	>280	180/191	196
Nynas T 110 - Graxa M PU 10411 (12%)		190/213	320

[00193] A capacidade de separação de óleo (18 h/40°C) é a mesma para a composição de acordo com a invenção do Nynas T 110 - OBR



1135 (30%) e a graxa de lítio Li-12OH: 0,29%).

[00194] Valores baixos de  $P_U$  e altos de  $P_{H\ 60.000}$  são típicos de graxas. Isso é confirmado pelas medições da graxa de lítio 12 e na graxa PU, como pode ser observado a partir da Tabela 9.

[00195] As combinações de óleo lubrificante - microgel mostram pouca ou nenhuma diferença nos valores de penetração em descanso  $P_U$  e na penetração forçada  $P_{H\ 60.000}$ . Desse modo, a combinação de OBR 1210 - Baylube 68CL especificamente, é estável com relação às forças de cisalhamento.

Tabela 10. Teste SVR nas combinações de 30% de microgel (Micro-morph 5P, OBR 1210) - óleo lubrificante (Baylube 68CL, Metil Éster SU, Shell Catenex S932) e graxa PU M 10411 e graxa de lítio 12 para comparação.

Carga: 300N anel de aço 100 CR6/ placa de aço 100 CR 6, sobrepostos	Coefficiente de fricção mínimo	Coefficiente de fricção máximo	Desgaste da placa	Aparência do local da fricção
Graxa Li-12OH sem Fuchs adi- cionado (P 1031)	0,020	0,230	2,84	metal em bran- co, área circun- dante com muita abrasão negra
Éster metílico SU - Micro- morph 5P (30%)	0,095	0,295	2,07	metal em bran- co, área circun- dante negra com muitos sul- cos
Baylube 68CL - OBR1210 (30%)	0,045	0,080	Não pode ser medi- do	metal em bran- co, área circun- dante sem de- pósitos
Graxa PU M 10411 (12%) 4em Nynas T 110	0,075	0,40	5,92	Sítio de fricção foi corroído pon- tos e tribo- corrosão circun- dando a área depósitos ne- gros pesados

[00196] O curso das curvas do SRV mostra o que se segue:

[00197] Em contraste com as graxas de comparação, a graxa OBR 1210 mostra um curso suave da curva, que se finaliza no nível mais baixo do coeficiente de fricção, e um sítio de fricção metálico em branco.

[00198] Tabela 11. Testes de desgaste nas combinações de 30% de microgel (Micromorph 5P, OBR 1210) - óleo lubrificante (Baylube 68CL, Metil Ester SU, Shell Catenax S932) e graxa PU M 10411 e graxa de lítio 12 para comparação.

	Carga de choque FBA pelo método da DIN 51350; bolas DIN1.000 N, 1.420 rpm, 1 minuto	Carga de Materiais/ de solda FBA (DIN 51350, parte 4), 1.420 rpm, 1 minuto
Graxa Li-12OH sem a adição de Fuchs (P 1031)	2,60 mm	+1.400/-1.500 N
Éster metílico SU – Micromorph 5P (30%)	1,75 mm	+1.800/-1.900 N
Baylube 68CL – OBR 1210 (30%)	0,78 mm	+1.800/-1.900 N
Graxa PU M 10411 (12%) em Nynas T 110	3,50 mm	<1.400 N

[00199] A tabela 11 mostra que a carga de choque e a carga de materiais de solda FBA são aumentadas de forma significativa de acordo com a invenção.

[00200] O Exemplo 3 mostra que as composições de acordo com a invenção, que tem um conteúdo relativamente alto de microgel (15 a 30%), mostram de forma surpreendente propriedades que podem ser comparadas àquelas das graxas comerciais (estabilidade com relação ao assentamento, baixa separação de óleo, consistência, etc.), porém, propriedades mais favoráveis (alta estabilidade em cisalhamento, isto é, quase nenhuma mudança nos valores de penetração depois de batimento com 60.000 golpes) e pontos de gota excepcionalmente ele-

vados, tais como são alcançados de outra forma somente por graxas resistentes ao calor, tais como, por exemplo, as graxas PU ou as graxas de complexo de Ca. Além do mais, essas composições exibem uma ação positiva sobre os coeficientes de fricção, o que é completamente não típico das graxas padrão.

**Exemplo 4:** Gel SBR OBR 1312B, modificado por grupos hidroxila, em Baylube 68CL.

[00201] No Exemplo 4 descrito abaixo, é mostrado que, utilizando microgéis com base em SBR que são modificados por grupo de hidroxila, as composições de acordo com a invenção, que contém principalmente partículas primárias tendo um diâmetro médio de partícula de aproximadamente 43 nm, podem ser preparadas em um homogeneizador através da aplicação de 90 MPa a 100 MPa (900 a 1.000 bar) com 2 a 6 passagens.

[00202] A composição é mostrada na seguinte tabela:

1. Baylube 68CL	97,8
2. OBR 1312B	2,0
3. Auxiliar de dispersão	0,2
Total	100,0

[00203] Baylube 68CL é um poliéter da RheimChemie Rheinau GmbH.

[00204] O microgel OBR 1312B é um gel de borracha reticulado de superfície modificada, com base em SBR da RheimChemie Rheinau GmbH (Tab. 12). O microgel é preparado de forma análoga a do Exemplo 1 para o Micromorph 1P.

Tabela 12. Composição do Microgel OBR 1312B.

Nome	Acrlonitrila	Butadieno	Estireno	TMP TMA	HEMA	Comentários
OBR 1312B	0	46	42,5	1,5	10	-

[00205] Os dados característicos do OBR 1312 estão resumidos na

Tabela 13.

Tabela 13. Propriedades do OBR 1312B.

Micro- gel	Ti- po do gel	Dados analíticos								
		D <sub>50</sub> [ $\mu$ m]	SA <sub>tot</sub> [m <sup>2</sup> /g]	Densi- dade da partícula [g/ml]	T <sub>g</sub> [°C]	Gel [ $\mu$ speso]	Cl	Nu- mero OH [MG KOH/ g]	Nu- mero ácido	Nível T <sub>g</sub> DSC/ 2 <sup>a</sup> alho [°C]
OBR 1312B	SB R	43	141	0,996	- 21,5	99,9	9, 7	44	1,3	-

[00206] Para a preparação da composição de acordo com a invenção o Baylube 68CL foi primeiro introduzido no recipiente de preparação e OBR 1312B foi adicionado enquanto era agitado por meio de um dissolvidor. A mistura foi deixada em repouso pelo menos durante um dia e, em seguida, processada com o homogeneizador.

[00207] A composição de acordo com a invenção foi introduzida dentro do homogeneizador em temperatura ambiente e passada através do homogeneizador seis vezes sob 96 MPa (960 bar) em uma operação de batelada. Durante a primeira passagem, a pasta de microgel se aquece para aproximadamente 40°C e durante a segunda passagem para aproximadamente 70°C. Em seguida, a pasta de microgel foi resfriada para a temperatura ambiente e dispersada uma terceira e quarta vez. Isso foi repetido até que seis passagens tivessem sido conseguidas.

[00208] O diâmetro de partícula das partículas de látex foi determinado por meio de ultracentrifugação (W. Acholtan, H. Lange, "Bestimmung der Teilchengrößenverteilung von Latexen mit der Ultrazentrifuge", kolloid-Zeitschrift und Zeitschrift für Polymere (1972) volume 250, capítulo 8).

[00209] As distribuições dos tamanhos de partícula do látex original, ainda não seco, do microgel OBR 1312B e do OBR 1312B redispersado em Baylube 68CL (TZE 122) podem ser observado nas Figuras 2 e

3.

[00210] Pode ser observado que, de forma surpreendente, quase toda a quantidade do pó seco e, em seguida, aglomerado do OBR, tinha sido disperso com sucesso até as partículas primárias, o diâmetro médio de partícula da mistura redispersa estando mesmo abaixo do diâmetro médio de partícula do látex original. Deve ser observado, além disso, que a medição foi executada em uma amostra re-dispersa que tinha sido armazenada durante 6 meses em temperatura ambiente, isto é, a dispersão permaneceu estável, de forma surpreendente, durante 6 meses.

[00211] Devido ao baixo teor de partículas re-aglomeradas, a composição redispersa, além disso, é altamente transparente.

## REIVINDICAÇÕES

1. Composição compreendendo pelo menos um meio orgânico não-reticulável (A) que apresenta uma viscosidade inferior a 30.000 mPas em uma temperatura de 120°C e pelo menos um microgel (B), caracterizada pelo fato de que o microgel (B) é obténível por polimerização em emulsão e está presente na composição em uma quantidade de 2 a 90% em peso, com base na quantidade total da composição.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o meio orgânico não-reticulável (A) apresenta uma viscosidade inferior a 1.000 mPas em uma temperatura de 120°C.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o meio orgânico não-reticulável (A) apresenta uma viscosidade inferior a 200 mPas em uma temperatura de 120°C .

4. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que as partículas primárias do microgel (B) apresenta uma geometria aproximadamente esférica.

5. Composição de acordo com a reivindicação 1 ou 4, caracterizada pelo fato de que o desvio dos diâmetros de uma partícula primária individual do microgel (B), definido como

$$[(d1 - d2) / d2] \times 100,$$

na qual d1 e d2 são qualquer um de dois diâmetros desejados da partícula primária e d1 é > d2, é inferior a 250%.

6. Composição de acordo com a reivindicação 5, caracterizada pelo fato de que o referido desvio é inferior a 50%.

7. Composição, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizada em que as partículas primárias do microgel (B) apresentam um tamanho médio de partícula de 5 a 500 nm.

8. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de que as partículas primárias do

microgel (B) apresentam um tamanho médio de partícula inferior a 99 nm.

9. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizada pelo fato de que os microgéis (B) apresentam conteúdos que são insolúveis em tolueno a 23°C de pelo menos 70% em peso.

10. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizada pelo fato de que os microgéis (B) apresentam um índice de inchaço em tolueno a 23°C inferior a 80.

11. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizada pelo fato de que os microgéis (B) apresentam temperaturas de transição vítrea de -100°C a +120°C.

12. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizada pelo fato de que o microgel (B) é um microgel reticulado que não é reticulado através de alta energia de radiação.

13. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizada pelo fato de que os microgéis (B) apresenta uma amplitude da faixa de transição vítrea superior a 5°C.

14. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizada pelo fato de que o microgel (B) é com base em borracha.

15. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizada pelo fato de que o microgel (B) é com base em homopolímeros ou copolímeros aleatórios.

16. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizada pelo fato de que o microgel (B) é modificado por grupos funcionais que são reativos com relação a ligações duplas C=C.

17. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações

cações 1 a 16, caracterizada pelo fato de que o meio não-reticulável (A) é pelo menos um composto que é selecionado do grupo que consiste em solventes, hidrocarbonetos saturados ou aromáticos, óleos de poliéter, óleos de éster de ocorrência natural e sintética, óleos de éster de poliéter, ésteres do ácido fosfórico, óleos que contenham silicone, halohidrocarbonetos, e matérias-primas líquidas renováveis.

18. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, caracterizada pelo fato de que compreende de 10 a 99,9% em peso do meio orgânico não-reticulável (A).

19. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizada pelo fato de que compreende adicionalmente enchimentos e/ou aditivos.

20. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizada pelo fato de que foi preparada através da mistura do meio não-reticulável (A) e o microgel (B), por meio de um homogeneizador, um moinho de contas (moinho de bolas com agitação), um moinho de cilindro triplo, um extrusor de hélice única ou de hélices múltiplas, um amassador, um aparelho Ultra-Turrax e/ou um dissolvedor.

21. Composição, de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que foi preparada por meio de um homogeneizador, um moinho de contas (moinho de bolas com agitação), um moinho de cilindro triplo ou um dissolvedor.

22. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 21, caracterizada pelo fato de que apresenta uma viscosidade de 2 mPas até 50.000.000 mPas em uma velocidade de  $5 \text{ s}^{-1}$ , determinada com um sistema de medição de cone-placa de acordo com a DIN 53018 a 20°C.

23. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 22, caracterizada pelo fato de que o microgel (B) tem um



índice de inchação em tolueno a 23°C de 1 até 15.

24. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 23, caracterizada pelo fato de que os microgéis (B) apresentam conteúdos que são insolúveis em tolueno a 23°C de pelo menos 95% em peso.

25. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 24, caracterizada pelo fato de que o microgel não é modificado com grupos hidroxila.

26. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 25, caracterizada pelo fato de que o microgel não é modificado.

27. Uso de uma composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que é para incorporação em termoplásticos, borrachas ou elastômeros termoplásticos.

28. Uso de uma composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que é para preparação de polímeros que contêm microgel.

29. Uso, de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que é para preparação de borrachas que contêm microgel.

30. Uso, de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato de que é para preparação de elastômeros termoplásticos que contêm microgel.

31. Uso de uma composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que é para preparação de lubrificantes, artigos moldados, ou revestimentos.

32. Uso da composição, de acordo com a reivindicação 31, caracterizado pelo fato de que é para preparação de graxas lubrificantes ou óleos lubrificantes modificados.

33. Uso de uma composição, como definida em qualquer

uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que é como um aditivo para plásticos, borrachas, composições para revestimento, ou lubrificantes.

34. Uso de microgéis obteníveis por polimerização em emulsão, caracterizado pelo fato de que é como um aditivo reológico em meios orgânicos não-reticuláveis que apresentam uma viscosidade inferior a 30.000 mPas em uma temperatura de 120° C.

35. Uso de microgéis, de acordo com a reivindicação 34, caracterizado pelo fato de que é como um espessante ou um agente tixotrópico.

36. Plásticos, borrachas, elastômeros termoplásticos, composições para revestimento ou lubrificantes, caracterizados pelo fato de que compreendem as composições como definidas em qualquer uma das reivindicações 1 a 26.

37. Processo para preparação da composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que os componentes (A) e (B) são submetidos, em conjunto, ao tratamento com um homogeneizador, um moinho de contas, um moinho de cilindro triplo, um extrusor de hélice única ou de hélices múltiplas, um amassador e/ou um dissolvedor.

38. Processo para preparação da composição, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 26, caracterizado pelo fato de que os componentes (A) e (B) são submetidos, em conjunto, ao tratamento com um homogeneizador, um moinho de contas, um moinho de cilindro triplo e/ou um dissolvedor.

Distribuição de tamanho de partícula diferencial e integral - Determinada por BIS-SUA-SPA  
 Comissionado por Prof. Dr. Obrecht, BPO-INN-SYR-PDB Data: 26-09-2004

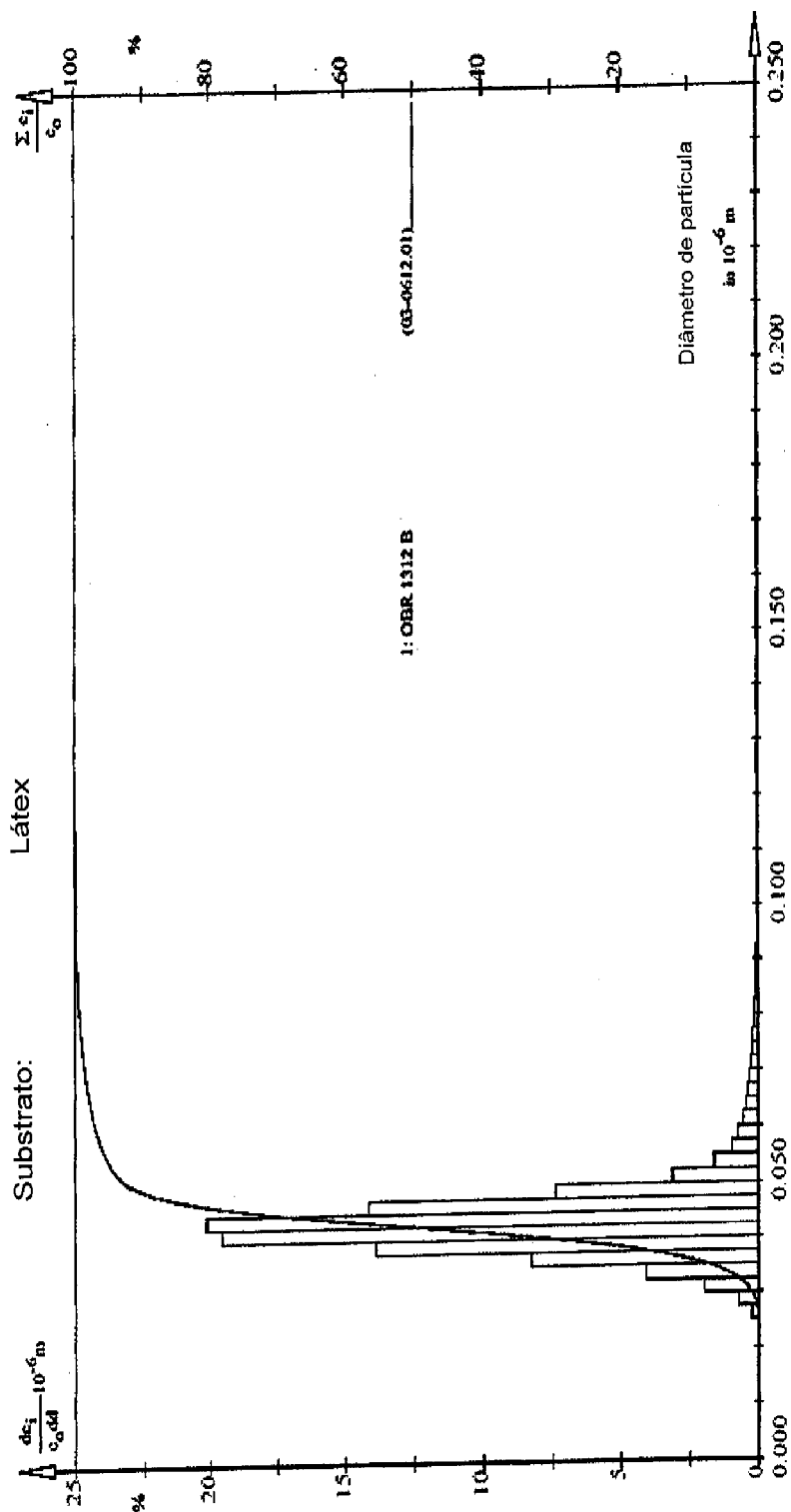


FIG 1

Distribuição de tamanho de partícula diferencial e integral - Determinada por BIS-SUA-SPA  
 Comissionado por Prof. Dr. Obrecht, BPO-INN-SYR-PDB Data: 26-09-2004

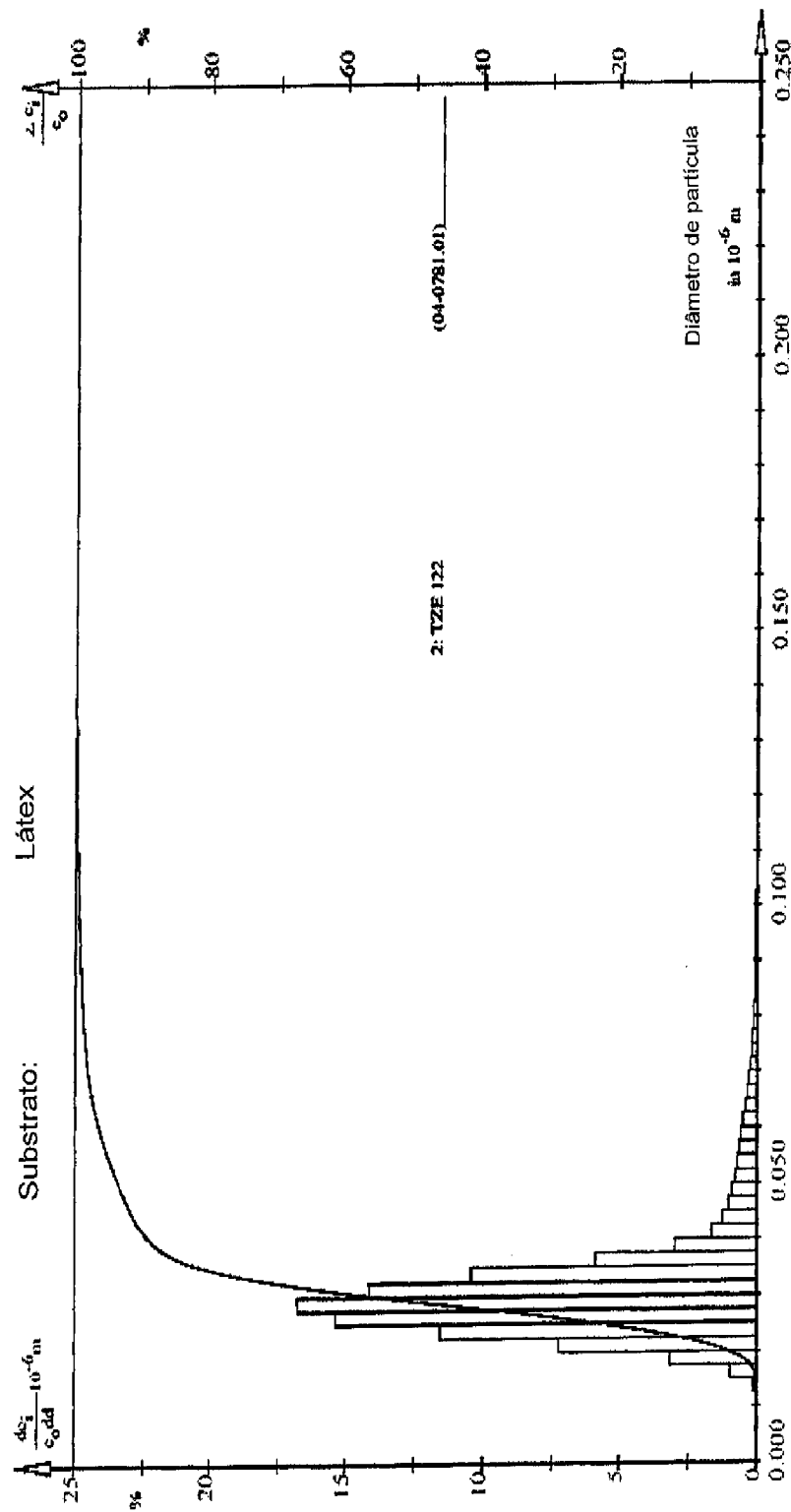


FIG 2

## **RESUMO**

Patente de Invenção: **"COMPOSIÇÃO DE MICROGÉIS EM MEIO ORGÂNICO NÃO-RETICULÁVEL, SEUS USOS E SEUS PROCESSOS DE PREPARAÇÃO, PLÁSTICOS, BORRACHAS, ELASTÔMEROS TERMOPLÁSTICOS, E COMPOSIÇÕES PARA REVESTIMENTO OU LUBRIFICANTES"**.

A invenção se refere a uma composição que compreende um meio específico não-reticulável e a pelo menos um microgel, processos para a preparação da mesma, usos das composições, e polímeros, borrachas, lubrificantes, e revestimentos que contem microgel preparados a partir das mesmas.