

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

(21) **PI 1102968-4 A2**

(22) Data de Depósito: 14/06/2011
(43) Data da Publicação: 06/11/2012
(RPI 2183)



(51) *Int.Cl.:*
C08L 9/08
C04B 28/04
C04B 24/24
C09D 5/34

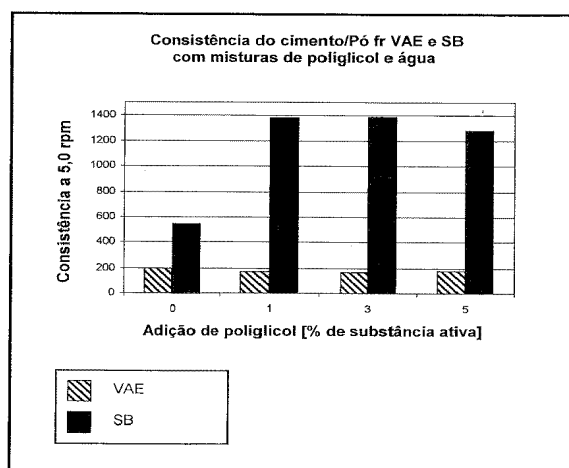
(54) Título: COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, MÉTODOS PARA PRODUIR UMA COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, FORMULAÇÃO DE MISTURA SECA

(30) Prioridade Unionista: 15/06/2010 US 61/397635

(73) Titular(es): Dow Europe GMBH, Dow Olefinverbund GMBH, Dow Stadel Productions GMBH & Co. OHG

(72) Inventor(es): Etienne Lazarus, Gerald Adolf Lohmuller, Hartmut Kuehn, Juergen Dombroski, Margarita Perello

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, MÉTODOS PARA PRODUIR UMA COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, FORMULAÇÃO DE MISTURA SECA. Composições de pó polimérico redispersíveis que incluem um poliglicol em mistura com um pó polimérico redispersível (RDP), cujo pó inclui uma mistura co-seca de um polímero de estireno-butadieno formador de película carboxilado, insolúvel em água e um estabilizador coloidal, resulta em composições de cimento tendo força de ligação geral e adesão inesperadamente superiores após a imersão em água. O uso do poliglicol fornece boa capacidade de trabalho ou facilidade de trolhamento durante a aplicação. Além disso, a composição de RDP, que inclui o RDP e o poliglicol, fornece a composição com base em cimento com excelente resistência à abrasão, aparência de superfície, e cor. Além disso, a composição de RDP fornece uma redução de pelo menos 30 %, por exemplo, uma redução de 50 % ou mais na quantidade do agente de retardamento ou retardante utilizado na formulação de mistura seca para as composições de cimento, tais como compostos ou composições de pavimentação de auto-nivelamento; e adesivos de telha com base em cimento.



“COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, MÉTODOS PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, FORMULAÇÃO DE MISTURA SECA”

5

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito às composições de pó polimérico redispersíveis que são preparadas a partir de látex de copolímero de estireno-butadieno carboxilado e um poliglicol para formulações de mistura seca para o uso em composições de cimento.

10

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Em aplicações na construção, argamassas podem ser preparadas com cimento, areia, e polímero orgânico. Para reduzir custos de embarque, o polímero pode ser embarcado e adicionado na forma seca como um pó polimérico redispersível. Os pós poliméricos redispersíveis melhoram a adesão e flexibilidade do cimento com base em adesivos de telha. A forma em pó do polímero é geralmente produzida secando-se por pulverização uma composição polimérica líquida para obter um pó de fluxo livre. Para realizar esta função na formulação de aplicação à qual é adicionada, tal como sistemas de cimento, é desejado que na formulação de aplicação, o pó polimérico seja facilmente redispersível. Além disso, na preparação de um pó polimérico redispersível (RDP) a partir de um látex ou dispersão polimérica secando-se por pulverização, uma dispersão polimérica de baixa viscosidade é desejada para permitir o uso de composições com um teor de sólidos mais elevado para secar por pulverização mais facilmente e menor equipamento de pressão para a produção mais eficiente dos RDPs sem a perda da capacidade de redispersão.

25

As propriedades de adesão, resistência ao desgaste, resistência a arranhões e resistência a dobramentos de composições hidraulicamente ajustadas são geralmente melhoradas adicionando-se pós de dispersão. Os pós

de dispersão de acetato de polivinila como um aditivo em composições fluíveis estão geralmente em argamassa seca a partir de quando são liberados ao local de construção, onde são simplesmente misturados com água e espalhados no teto. Os materiais fluem para fornecer uma superfície lisa que serve diretamente como a camada de desgaste ou serve como substrato para outros revestimentos. Contudo, este uso apresenta problemas, particularmente quando camadas relativamente espessas são aplicadas, tal como a formação de áreas irregulares, tais como crateras ou furos, que se formam na superfície. A superfície não se torna tão lisa como o comprador deseja, e requer outro trabalho. Para evitar as áreas irregulares deste tipo, aditivos, tais como copolímeros completamente hidrolisados fabricados a partir de ésteres 1-alquilvinílicos e a partir de ésteres vinílicos foram utilizados para eliminar estes problemas.

A Patente U.S. Nº 6.632.861 para Weitzel *et al* divulga que o uso de pós com base em polímeros de vinilaromático-1,3-dieno estabilizados com colóide de proteção permite o uso de copolímeros completamente hidrolisados caros, difíceis de preparar, fabricados a partir de ésteres 1-alquilvinílicos e de ésteres vinílicos a ser dispensados com, enquanto mantendo qualidades de superfície equivalentes e ao mesmo tempo obtendo boa resistência ao desgaste, resistência a arranhões e adesão. As composições em pó de dispersão estabilizada em colóide de proteção redispersíveis em água da Weitzel *et al*, para o uso em concretos de auto-nivelamento ou composições de pavimento aplicadas com trolha, incluem: a) um polímero de base selecionado do grupo que consiste de polímeros vinilaromáticos-1,3-dieno, b) de 2 a 25 % em peso, com base no polímero de base, de um ou mais colóides de proteção, c) de 3 a 30 % em peso, com base no peso total dos constituintes poliméricos, de agente de anti-bloqueio finos, e d) de 0,1 a 10 % em peso, com base no polímero de base, de outros aditivos.

Foi descoberto que o uso de pós redispersíveis de estireno-

butadieno carboxilados como um aditivo nos compostos ou composições de pavimentação de auto-nivelamento geralmente melhora a resistência à abrasão, aparência da superfície, e a cor se comparado aos sistemas modificados com pós com base em outras químicas como copolímeros de acetato de vinila/etileno. Contudo, a melhoria na força de aglutinação geral sem afetar de maneira adversa a reologia em uma formulação com base em cimento tal como uma composição de pavimentação de auto-nivelamento, e um cimento com base em formulação adesiva de telhas, e sem afetar de maneira adversa a capacidade de redispersão do pó polimérico de estireno-butadieno carboxilado redispersível seria altamente desejável.

As argamassas formuladas com as composições de pó polimérico redispersíveis de estireno-butadieno carboxilados da presente invenção apresentam um aumento inesperadamente superior na força de ligação após a imersão em água sem afetar de maneira adversa a reologia dos argamassas de cimento ou a capacidade de redispersão do pó polimérico com relação ao copolímero de acetato de vinila/etileno RDPs e outros SB RDPs, que é vantajoso quanto à capacidade de trabalho ou facilidade de trolhamento durante a aplicação. Portanto, a presente invenção resolve os problemas da resistência à abrasão inadequada, aparência da superfície, controle do ajuste do cimento e cores enquanto obtendo força de ligação geral inesperadamente superior para as composições de cimento preparadas a partir das formulações de mistura seca.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção fornece uma composição em pó polimérico redispersível (RDP) compreendida de uma mistura de um pó polimérico redispersível (RDP) e um poliglicol para formulações de mistura seca. A adição do poliglicol ao RDP ao invés de uma mistura aquosa antes da formação da RDP secando-se por pulverização evita qualquer problema quanto à capacidade de redispersão do RDP. O RDP inclui pelo menos um

polímero insolúvel em água preparado a partir de pelo menos um látex de copolímero de estireno butadieno (SB) carboxilado insolúvel em água e um estabilizador coloidal, por exemplo, álcool polivinílico (PVOH). A composição em pó polimérico redispersível em água da presente invenção comunica um aumento inesperadamente superior na força de ligação total e adesão após a imersão em água às composições com base em cimento sem afetar de maneira adversa a capacidade de trabalho ou facilidade de trolhamento durante a aplicação. Além disso, a composição de RDP fornece a composição com base em cimento com excelente resistência à abrasão, aparência da superfície, e cor, e permite pelo menos uma redução de 30 %, por exemplo, uma redução de 50 % ou mais na quantidade de agente de retardamento utilizado na formulação de mistura seca para as composições de cimento, tais como compostos ou composições de pavimentação de auto-nivelamento, e adesivos de telha com base em cimento.

A RDP compreende uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água e um ou mais estabilizadores coloidais, preferivelmente um álcool polivinílico (PVOH), onde o polímero formador de película compreende um copolímero de estireno-butadieno ou o produto de copolimerização de estireno e butadieno com um ou mais outros monômeros. O polímero formador de película pode ter uma quantidade de carboxilação de 0,1 % em peso a 15 % em peso, preferivelmente de 0,5 % em peso a 10 % em peso, mais preferivelmente de 1 % em peso a 5 % em peso, de pelo menos um ácido monocarboxílico ou ácido dicaroxílico etilenicamente insaturados e/ou, sais destes, ou misturas destes, preferivelmente ácido itacônico e/ou ácido maléico, e/ou ácido fumárico, com base no peso comonomérico total, ou o peso do polímero formador de película insolúvel em água, tal como um copolímero de estireno-butadieno com ácido itacônico. A quantidade de poliglicol misturado com o RDP para formar a composição de RDP pode ser de 0,001 % em peso a 19 % em peso,

preferivelmente de 0,01 % em peso a 5 % em peso, mais preferivelmente de 0,1 % em peso a 3 % em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP), ou o peso da composição de pó polimérico redispersível. O poliglicol, tal como um polipropileno glicol, pode ter um peso molecular médio numérico de 250 a 10.000, preferivelmente de 1500 a 6.000, e pode estar na forma de uma pré-mistura seca ou pó com um agente de fluxo, carregador ou absorvente tal como um pó de sílica amorfo.

Em um aspecto da presente invenção, a composição de pó polimérico redispersível pode ser produzida secando-se uma mistura aquosa do polímero formador de película insolúvel em água e o estabilizador coloidal para obter o pó polimérico redispersível em água (RDP). Uma dispersão aquosa do polímero formador de película insolúvel em água pode ser fornecida através da polimerização, e o estabilizador coloidal pode ser misturado com a dispersão aquosa após a polimerização, e depois a dispersão aquosa pode ser secada por pulverização para obter pó polimérico redispersível em água. O pó polimérico redispersível em água (RDP) pode ser depois misturado com um poliglicol, para obter uma composição de pó polimérico redispersível da presente invenção. Nas formas de realização da invenção, o poliglicol pode ser pré-misturado com um agente de fluxo, carregador ou adsorvente tais como pós de sílica amorfa para obter uma pré-mistura, e a pré-mistura pode ser depois misturada com o pó polimérico redispersível (RDP) para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção. O uso de poliglicol com o RDP fornece um aumento inesperadamente superior na força de ligação geral e adesão nas composições com base em cimento sem afetar de maneira adversa a capacidade de trabalho ou facilidade de trolhamento durante a aplicação, fornece excelente resistência à abrasão, aparência da superfície, e cor, e permite uma redução na quantidade de agente de retardamento utilizado na formulação de mistura seca para as composições de cimento,

Em outro aspecto da presente invenção, uma composição de cimento tal como um adesivo para telhas com base em cimento, ou um composto ou composição de pavimentação de auto-nivelamento, podem ser produzido misturando-se os ingredientes de cimento com a composição de pó polimérico redispersível em água feita a partir de um RDP de copolímero de SB e um poliglicol para obter uma composição de cimento, tal como uma argamassa. As composições de cimento apresentam tal força de ligação geral inesperadamente superior e adesão, e a capacidade ou facilidade de trabalho do trolhamento durante a aplicação, enquanto fornecendo excelente resistência à abrasão, aparência da superfície, e cor no produto final.

DESCRIÇÃO RESUMIDA DAS FIGURAS

A presente invenção também é ilustrada através dos desenhos em anexo em que:

A FIGURA sozinha é um gráfico que apresenta o efeito do poliglicol na consistência do cimento formulado com um pó polimérico de estireno butadieno (RDP) e um pó polimérico de acetato de vinila/etileno (VAE) redispersível (RDP) medido com um T-Spindel-Helipath de Brookfield Rotatório

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A menos que de outro modo indicado, todas as unidades de temperatura e pressão estão na temperatura ambiente e pressão padrão (STP). Todas as faixas citadas são inclusivas e combináveis.

Todas as frases que compreendem parênteses indicam um ou ambos da matéria parenteticamente incluída e sua ausência. Por exemplo, a frase “(met)acrilato” inclui, na alternativa, acrilato e metacrilato.

Como aqui usado, o termo “(met)acrilato” significa acrilato, metacrilato, e misturas destes e o termo “(met)acrílico” aqui usado significa acrílico, metacrílico, e misturas destes.

Como aqui usado, a menos que de outro modo indicado, a

frase “peso molecular” se refere ao peso molecular médio numérico como medido em uma maneira convencional.

Como aqui usado, o termo “polímero” se refere, na alternativa, a um polímero feito de um ou mais monômeros diferentes, tal como um copolímero, um terpolímero, um tetrapolímero, um pentapolímero etc., e pode ser qualquer um de polímero aleatório, bloco, enxerto, sequencial ou de gradiente.

Como aqui usado, a menos que de outro modo indicado, a temperatura de transição vítrea (T_g) medida é usada. Como aqui usado, o termo “ T_g calculada” se refere à T_g de um polímero calculada usando a equação de Fox (T. G. Fox, Bull. Am. Physics Soc., Volume 1, Edição Nº 3, página 123 (1956)). Como aqui usado, o termo “ T_g medida” significa uma T_g que é medida usando calorimetria de varredura diferencial ou DSC (taxa de aquecimento de 10° C por minuto, T_g tomada no ponto médio da inflexão.)

Os presentes inventores descobriram que os pós poliméricos redispersíveis (RDPs), incluindo um poliglicol, tal como, por exemplo, polipropileno glicol, em mistura com um pó polimérico redispersível, cujo pó inclui um polímero de estireno-butadieno formador de película carboxilado, insolúvel em água tendo, por exemplo, pelo menos um monômero do ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado que fornece a carboxilação, e um estabilizador coloidal tal como, por exemplo, PVOH no pó polimérico redispersível, resulta em composições de cimento tendo força de ligação geral inesperadamente superior e adesão após a imersão em água às composições com base em cimento, sem afetar de maneira adversa a reologia. Isto fornece uma boa capacidade de trabalho facilidade de trolhamento durante a aplicação. Além disso, a composição de RDP, que inclui o RDP e o poliglicol, fornece a composição com base em cimento com excelente resistência à abrasão, aparência da superfície, e cor. Também foi descoberto que a composição de RDP permite pelo menos uma redução de 30 %, por exemplo

uma redução de 50 % ou mais na quantidade de retardador ou retardante utilizado na formulação de mistura seca para as composições de cimento, tais como compostos ou composições de pavimentação de auto-nivelamento, e adesivos de telha com base em cimento. Por exemplo, a caracterização por

5 intermédio da força de ligação ou adesão após a imersão em água, mostra que as argamassas formuladas com as composições de pó polimérico redispersíveis da presente invenção apresentam ligação e adesão gerais inesperadamente superiores após a submersão em água com relação às argamassas formuladas com o copolímero de acetato de vinila/etileno (VAE)

10 ou pós poliméricos redispersíveis de estireno-butadieno sem a adição do poliglicol. Similarmente, as características de teste de superfície final da separação de fase, coloração, e furos das argamassas mostram uma melhoria, mas a melhoria significativa da resistência à abrasão é obtida para a adição de poliglicol aos RDPs de SB se comparado aos RDPs de VAE que não têm

15 poliglicol adicionado. A força compressiva e a força de dobra também são muito melhoradas quando o retardante, por exemplo citrato de trissódio (Citrato de TrNa) é reduzido. Portanto, a combinação do RDP de estireno-butadieno carboxilado e o poliglicol permite uma boa capacidade de redispersão, facilidade de produção, maior produtividade, e desempenho de

20 uso final melhorado.

Os polímeros que podem ser utilizados na presente invenção são os polímeros formadores de película insolúveis em água que são carboxilados. Os polímeros formadores de película insolúveis em água preferíveis são um copolímero de estireno-butadieno ou um estireno e

25 butadieno copolimerizados com outros monômeros com um baixo grau de carboxilação.

Os copolímeros formadores de película insolúveis em água podem ser preparados através da polimerização de emulsão ou suspensão aquosa, preferivelmente polimerização de emulsão, em uma maneira

convencional, utilizando temperaturas de polimerização convencionais, por exemplo de 40° C a 120° C, preferivelmente, de 70° C ou mais, ou, preferivelmente, até 105° C, e pressões, por exemplo com pressões de comonomero de dieno sendo de 150 psi ou abaixo, preferivelmente, 100 psi ou abaixo. A polimerização pode ser iniciada usando quantidades convencionais de um ou mais solúveis em água convencionais tais como persulfato de sódio, ou iniciador solúvel em óleo (monômero), tal como peróxido de 1-butila e hidroperóxido de cumeno, ou uma combinação de iniciador de redox, usando um agente de redução tal como sulfitos e bissulfitos.

10 Para controlar o peso molecular, as substâncias reguladoras convencionais ou agentes de transferência de cadeia, tais como mercaptanos, alcanóis, e metilestireno alfa dimérico podem ser usados durante a polimerização em uma maneira convencional em quantidades convencionais de 0,01 a 5,0 % em peso, ou, preferivelmente, até 3 % em peso, com base nos monômeros a ser polimerizados. O processo de polimerização preferivelmente ocorre em uma maneira conhecida na presença de quantidades convencionais de um ou mais emulsificador convencional e/ou colóide protetor, tal como, por exemplo, copolímeros solúveis em água tendo um peso molecular médio numérico de 2000 ou mais. Os emulsificadores adequados incluem os emulsificadores aniônicos, catiônicos e não iônicos, por exemplo, tensoativos aniônicos, tais como, por exemplo, alquila ou sulfatos de éter alquil arílicos de 8 a 18 carbonos, e seus sais, e tensoativos não iônicos, tais como, por exemplo, alquila ou éteres de alquil arila poliglicólicos. Os colóides de proteção adequados, ao invés e ou além de um ou mais tensoativos, podem incluir, por exemplo, álcool polivinílicos; polissacarídeos na forma solúvel em água, por exemplo, amidos e celulósicos; proteínas tais como, por exemplo, caseína ou proteína de soja; sulfonatos de lignina; e copolímeros sintéticos tais como, por exemplo, ácido poli(met)acrílico, e copolímeros de (met)acrilatos com unidades

comonoméricas de carboxila funcional.

Um ou mais compostos básicos podem ser adicionados antes, durante ou após a polimerização em uma quantidade de 0,4 moles ou mais, preferivelmente de 0,5 a 2 moles, mais preferivelmente de 0,6 a 1,8 moles de grupos carboxílicos no copolímero. Alternativamente, o composto básico, pode ser adicionado de tal maneira em uma quantidade para ajustar o pH do produto de copolímero aquoso a 8,0 ou mais, ou 9,5 ou mais, ou, preferivelmente pelo menos 10,5, e preferivelmente até 12,5. O composto básico pode ser um composto básico inorgânico, preferivelmente um composto básico inorgânico forte, tal como um hidróxido de metal alcalino ou um hidróxido de metal alcalino terroso, tal como hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio.

Os copolímeros compreendem o produto de copolimerização de 20 a 79,9 %, preferivelmente de 30 % ou mais, por exemplo de 50 % a 70 % em peso, de um ou mais comonômero de vinila aromático a), até 79,9 % preferivelmente 60 % ou menos, por exemplo de 25 % a 49 % em peso de um ou mais comonômero de 1,3-dieno b) de 0,01 a 15 % preferivelmente de 0,5 % a 10 % ou, mais preferivelmente de 1 % a 5 % em peso de comonômero c), e de 0 a 40 %, preferivelmente 0 a 20 % ou, mais preferivelmente 10 % ou menos, em peso de comonômero d), com base no peso total dos monômeros usados para fabricar o copolímero.

Os comonômeros e suas proporções em peso são escolhidas de modo a fabricar um copolímero tendo uma temperatura de transição vítrea (Tg) de -60° C e acima, preferivelmente de -20° C ou mais, ou, mais preferivelmente, -10° C e acima, ou até ou menos do que 80° C, preferivelmente até ou menos do que 35° C ou, mais preferivelmente até ou menos do que 25° C. Se a Tg é muito alta para o uso em composições de cimento, as propriedades de uso final sofrem, tal como a flexibilidade, especialmente em temperaturas frias, e ponte de quebra. A Tg dos

copolímeros pode ser determinada de uma maneira conhecida através da calorimetria de varredura diferencial (DSC). Em usos como um aglutinante sacrificante no processamento cerâmico, a Tg útil do RDP de SB pode ser tão alto quanto 110° C, preferivelmente 60° C.

5 Os comonômeros a) adequados incluem, por exemplo, estireno, alfa-Metilestireno, alquil-estirenos C1-C4, tais como o-viniltolueno e terc-butilestireno. O estireno é preferido. Os comonômeros b) adequados incluem, por exemplo, 1,3-butadieno e isopreno, 1,3-butadieno sendo preferido. Os comonômeros c) adequados incluem, por exemplo, ácidos
10 mono-carboxílicos etilenicamente insaturados, e/ou ácidos di-carboxílicos, seus anidridos, e seus sais, e misturas destes, particularmente ácido itacônico e/ou ácido maléico e/ou ácido fumárico para melhorar a capacidade de dispersão do pó copolimérico redispersível.

Os comonômeros opcionais redispersáveis d) incluem, por
15 exemplo, ésteres alquílicos do ácido (met)acrílico, tais como, por exemplo, metacrilato de metila, carboxamidas e carbonitrilas etilenicamente insaturadas, tais como, por exemplo, (met)acrilonitrila; diésteres de ácido fumárico ou ácido maléico; (met)acrilatos de hidróxi alquila; monômeros do ácido de enxofre, monômeros do ácido fosforoso, comonômeros de
20 reticulação, tais como, por exemplo, divinil benzeno ou adipatos de divinila; comonômeros de pós-reticulação, tais como ácido acrilamidoglicólico (AGA) ou metacrilatos de alila; comonômeros de função epóxi, tais como (met)acrilatos de glicidila; e de comonômeros de silício funcional, tal como alcoxissilano contendo (met)acrilatos ou monômeros de vinila.

25 Para aumentar a capacidade de redispersão em água do pó obtido na secagem, um composto básico, como descrito acima, pode ser adicionado antes de secar substancialmente a dispersão copolimérica aquosa.

Em uma forma de realização preferida, para obter boa capacidade de redispersão em água e bom controle de odor, 75 % ou mais,

preferivelmente, 85 % ou mais, ou, mais preferivelmente, 95 % ou mais do número total de grupos carboxila no copolímero estão localizados na superfície das partículas do látex copolimérico nas partículas em pó. Em tais copolímeros, 75 % ou mais, preferivelmente, 85 % ou mais, ou, mais preferivelmente, 90 % ou mais, ou, mais preferivelmente, 95 % ou mais dos grupos carboxila de superfície estão presentes na forma salina nas partículas do látex copolimérico no pó.

Uma alta porcentagem dos grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas copoliméricas obtidas na secagem pode ser obtida através do uso sozinho dos ácido(s) dicarboxílico(s) etilenicamente insaturado(s) como comonômero c), através da alimentação monomérica em estágios, tal como a adição do comonômero c) em um estágio avançado de polimerizações, ou conduzindo-se a polimerização em um pH de 3 a 9 preferivelmente, de 4 a 8, ou, preferivelmente 6 ou maior.

A porcentagem dos grupos carboxílicos que estão localizados na superfície das partículas poliméricas no pó obtido na secagem abrange todos os grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas copoliméricas, aquelas localizadas na fase líquida em baixo peso molecular dos copolímeros da solução aquosa ácida ou como ácidos carboxílicos livres ou seus sais, por exemplo ácido cítrico. Na secagem da dispersão copolimérica aquosa, os grupos carboxílicos localizados nos copolímeros da solução na fase líquida depositam na superfície das partículas copoliméricas.

A soma da quantidade molar dos grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas copoliméricas e a quantidade molar dos grupos carboxílicos na fase líquida da dispersão aquosa são separadamente mensuráveis em uma maneira convencional.

Nas formas de realização da invenção, o polímero formador de película insolúvel em água tem uma quantidade de carboxilação como descrito acima para o comonômero c), tal como, por exemplo, de 0,1 % em

peso a 15 % em peso, preferivelmente de 0,5 % em peso a 10 % em peso, mais preferivelmente de 1 % em peso a 5 % em peso, de ácido itacônico com base no peso comonomérico total ou o peso do polímero formador de película insolúvel em água.

5 De acordo com a presente invenção, o polímero formador de película insolúvel em água na dispersão aquosa ou látex que deve ser secado por pulverização pode ter um tamanho de partícula médio de 100 nm a 500 nm, por exemplo de 130 nm a 350 nm.

Nas formas de realização da invenção, as composições de pó
10 polimérico redispersíveis em água da presente invenção incluem uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água, um estabilizador coloidal para a estabilização coloidal e capacidade de redispersão dos pós poliméricos em tamanho de partícula submicrônicos, e um poliglicol. Os estabilizadores coloidais convencionais, tais como álcool
15 polivinílico (PVOH) podem ser utilizados como um estabilizador coloidal em quantidades convencionais. Os alcoóis polivinílicos preferidos para o uso nesta invenção são os alcoóis polivinílicos parcialmente hidrolisados. Nas formas de realização da invenção, a quantidade de PVOH ou outros estabilizadores coloidais conhecidos utilizados para obter a estabilidade
20 coloidal pode ser de pelo menos 1 % em peso, com exemplo de 2 % em peso a 30 % em peso, preferivelmente de 5 % em peso a 20 % em peso, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água. Nas formas de realização preferidas da invenção, o poliglicol pode ser adicionado após a secagem por pulverização. O poliglicol pode ser combinado com um pó
25 polimérico redispersível (RDP) para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção usando equipamentos de mistura convencionais e métodos para misturar os ingredientes para obter uma mistura ou composição em pó seca, pré-misturada. Nos aspectos da presente invenção, a composição de pó polimérico redispersível em água pode ser

produzida secando-se uma mistura aquosa do polímero formador de película insolúvel em água e o estabilizador coloidal, com o poliglicol para obter um pó polimérico redispersível em água (RDP), ou através da adição após a secagem por pulverização do poliglicol. Por exemplo, uma dispersão aquosa do polímero formador de película insolúvel em água pode ser fornecida através da polimerização, e o estabilizador coloidal pode ser misturado com a dispersão aquosa após a polimerização, e depois a dispersão aquosa pode ser secada por pulverização para obter o pó polimérico redispersível em água. O pó polimérico redispersível em água (RDP) pode ser depois misturado com um poliglicol, para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção. Nas formas de realização da invenção, o poliglicol pode ser pré-misturado com um agente de fluxo, carregador ou adsorvente tais como pós de sílica amorfa para obter uma pré-mistura, e a pré-mistura pode ser depois misturada com o pó polimérico redispersível em água (RDP) para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção. A composição de pó polimérico redispersível em água pode ser utilizada em uma formulação de mistura seca para as composições com base em cimento em uma quantidade de pelo menos 0,1 % em peso, por exemplo pelo menos 0,5 %, preferivelmente pelo menos 1 % em peso, com base no peso da formulação de mistura seca.

De acordo com o método de fabricação das composições de pó polimérico redispersíveis da presente invenção, um pó polimérico redispersível em água pode ser produzido secando-se uma mistura aquosa do polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizador coloidal com ou sem o poliglicol para obter um pó polimérico redispersível em água. Nas formas de realização, uma dispersão aquosa do polímero formador de película insolúvel em água obtida através da polimerização, é misturada com o estabilizador coloidal, com ou sem o poliglicol, para obter uma dispersão aquosa substancialmente homogênea que é depois secada por pulverização

para obter um pó polimérico redispersível em água. Em um exemplo, a viscosidade da alimentação a ser secada por pulverização pode ser ajustada por intermédio do teor de sólidos de modo que um valor de menos do que 1000 mPas (viscosidade de Brookfield a 20 revoluções e 23° C), preferivelmente menos do que 250 mPas, é obtido. O teor de sólidos da dispersão a ser secada por pulverização pode ser geralmente de 25 % a 75 % em peso, por exemplo de 35 % em peso a 65 % em peso, preferivelmente de 40 % a 60 % em peso, com base no peso total da dispersão. Para preparar os pós poliméricos redispersíveis em água, as dispersões aquosas são secadas, preferivelmente secando-se por pulverização. A secagem por pulverização pode ser realizada em usinas de secagem por pulverização habituais, com a atomização sendo realizada por meio de bocais de fluido único, dois fluidos ou multi-fluidos ou um atomizador de disco rotatório. Em geral, ar, nitrogênio ou ar enriquecido com nitrogênio pode ser utilizado como o gás de secagem, a temperatura de entrada do gás de secagem geralmente não excedendo 200° C, preferivelmente de 110° C a 180° C, mais preferivelmente de 130° C a 170° C. A temperatura de saída pode ser geralmente de 45° C a 120° C, preferivelmente de 60° C a 90° C, dependendo da usina, a Tg da composição polimérica e o grau desejado de secagem.

Além do estabilizador coloidal e do poliglicol, aditivos convencionais opcionais em quantidades convencionais podem ser adicionados antes da secagem à dispersão aquosa, tal como um agente antiespumação em uma quantidade de até 1,5 % em peso de antiespuma, com base no peso das partículas poliméricas. Outros aditivos que podem ser utilizados, em quantidades convencionais, incluem um ou mais sais, tais como CaCl_2 , e MgCl_2 , emulsificadores ou tensoativos, monossacarídeos, dissacarídeos, e agentes anti-torta (agentes antibloqueio) tais como caulim, carbonatos de cálcio ou silicatos. A quantidade do agente anti-torta, ou outros enchedores inorgânicos pode ser de até 40 % em peso, com base no peso do

pó polimérico redispersível em água (RDP). Nas formas de realização da invenção, superplastificadores convencionais podem ser utilizados em uma quantidade de pelo menos 0,01 % em peso, preferivelmente de 5 % em peso a 25 % em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP).

5 O tamanho X50 da distribuição de tamanho de partícula do pó redispersível em água depende das condições de secagem e do equipamento de secagem. O X50 representa o diâmetro médio em micrômetros, que significa que 50 % em peso das partículas são menores do que seu diâmetro. O pó polimérico redispersível em água produzido preferivelmente tem um
10 diâmetro de tamanho de partícula X50 de 5 a 100 micrômetros, preferivelmente de 20 a 100 micrômetros, mais preferivelmente de 50 a 80 micrômetros. A distribuição do tamanho de partícula do pó pode ser medida através da difração a laser usando um analisador do tamanho e partícula “Sympatec Helos” em uma faixa de medição de 1,8 a 350 μm e dispersando o
15 pó através de ar comprimido.

O peso das partículas poliméricas no pó pode ser preferivelmente de 40 % em peso a 95 % em peso, mais preferivelmente de 65 % em peso a 85 % em peso, do peso total do pó polimérico redispersível em água.

20 O poliglicol utilizado na presente invenção pode ser qualquer poliglicol convencional, tal como um polietileno glicol, um polipropileno glicol, ou qualquer outro poliéter diol ou triol. Nas formas de realização preferidas, um polipropileno glicol, ou óxido de polipropileno, pode ser utilizado, com o grupo final geralmente sendo um grupo hidroxila, tal como
25 em um polipropileno glicol, diol (PPG). A quantidade de poliglicol misturado com o RDP para formar a composição de RDP pode ser de 0,001 % em peso a 10 % em peso, preferivelmente de 0,1 % em peso a 5 % em peso, mais preferivelmente de 0,5 % em peso a 3 % em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP), ou o peso da composição de pó

polimérico redispersível em água. O poliglicol, tal como um polipropileno glicol, pode ter um peso molecular médio numérico de 250 a 10.000, preferivelmente de 1.500 a 6.000. O poliglicol pode ser utilizado na forma de um líquido ou um sólido, preferivelmente na forma de uma pré-mistura seca ou pó com um agente de fluxo, carregador ou adsorvente convencionais tais como um pó de sílica amorfa. O poliglicol na forma líquida pode ser misturado, ou pré-misturado com o agente de fluxo, carregador, ou adsorvente, tal como os pós de sílica amorfa até ser absorvido no ou através deste para formar uma pré-mistura seca ou pó, que por sua vez pode ser pré-misturado ou misturado com o RDP para formar um pó ou uma mistura seca. Nas formas de realização exemplares da invenção, o pó de poliglicol resultante ou a mistura seca podem conter o agente de fluxo, carregador, ou adsorvente em uma quantidade de 25 % em peso a 60 % em peso, por exemplo de 30 % em peso a 50 % em peso, com base no peso total do poliglicol e do agente de fluxo, carregador, ou adsorvente, tais como pós de sílica amorfa.

As composições de pó polimérico redispersíveis em água da presente invenção têm uma variedade de usos. Nas formas de realização da invenção, as composições de pó polimérico redispersíveis em água de estireno-butadieno carboxilado da presente invenção podem ser utilizadas em misturas com um ou mais pós poliméricos acrílico redispersíveis em água (RDPs), RDPs VAE, RDPs VAE/VeoVA, RDPs com base em epóxi, RDPs de poliuretano, RDPs com base em dispersão de poliolefina, e misturas destes. Os pós da presente invenção podem ser utilizados como aditivos funcionais em uma ampla variedade de composições tais como materiais de construção, composições para o cuidado pessoal, composições farmacêuticas, e composições agrícolas, em aplicações ou ambientes de alta concentração salina, tais como cimentação de poços de petróleo fora da costa, perfurações de óleo e gás e cimentação, e em água sólida. Os usos adicionais dos pós são em aplicações de controle de desperdício, tais como as composições para cobertas sintéticas para pilhas de material volumoso, tais como resíduos,

retenção de sedimentos de carvão, solo, controle de erosão do solo, que minimiza a infiltração de água, pós fugitivos de incômodo, odor, e afinidade a pássaros. Os pós podem ser usados em cobertas alternativas para aterros sanitários que são pulverizáveis, usam materiais reciclados baratos, amplamente disponíveis e ambientalmente amigáveis, têm boa aderência a plásticos e resíduos de vidro, e podem formar/endurecer dentro de um curto período de tempo, e em misturas de aumento de adesão. Os pós também podem ser utilizados na produção de espumas, tais como espumas de poliuretano.

Nas formas de realização preferidas, o pó polimérico redispersível em água pode ser usado como um aditivo em uma composição de ajuste que também pode incluir um aglutinante hidráulico inorgânico. Os exemplos de tais aglutinantes inorgânicos incluem cimentos, tais como cimento Portland, cimento de alumina, cimento pozzolânico, cimento de escória, cimento de magnésia e cimento de fosfato; semi-hidrato de gipsita. Os usos ilustrativos da composição polimérica de acordo com a presente invenção são em adesivos de telha, adesivos de construção, rebocadores, argamassas de juntas, emboços, composições de trolhamento, composições de enchimento, tais como composições de enchimento de pavimentação (por exemplo compostos de pavimentação de auto-nivelamento), juntas de reparo de concreto, argamassas de juntas, compostos de junta de fita, concreto, aplicações de membrana a prova de água, aplicações de membrana de isolamento de rachaduras, e aditivos para o processamento cerâmico. Em particular, o uso de pó polimérico redispersível em água aqui descrito em uma composição de ajuste, por exemplo em adesivos de telha com base em cimento ou em sistemas compósitos de isolamento térmico externo, resulta em composições com alta força de adesão inicial, alta força e adesão após a imersão em água (resistência à água), e alta força de adesão após permitir certo “tempo aberto” antes da aplicação final da composição de ajuste

hidratada. Nas formas de realização da invenção, o pó polimérico redispersível em água pode ser utilizado como um aglutinante para fusão de cobertura, de, por exemplo, matérias primas tais como sílica, alumina, óxidos de metal alcalino, e óxidos de metal alcalino terroso.

5 Um uso preferido do pó polimérico redispersível em água é em composições de cimento ou hidráulicas ou outras composições que apresentam um alto pH, por exemplo, um pH de pelo menos 11, por exemplo de 11,5 a 13,5. Os pós poliméricos redispersíveis em água da presente invenção podem ser utilizados em adesivos de telha, tais como adesivos de telha com base
10 em cimento. Os adesivos de telha com base em cimento podem geralmente compreender de 5 a 50 partes em peso de cimento, preferivelmente cimento Portland, como o aglutinante hidráulico; de 40 a 70 partes em peso de areia de quartzo, preferivelmente tendo um tamanho de partícula de 0,1 mm a 0,5 mm, como o enchedor principal, e de 0,1 % a 10 % em peso, preferivelmente de 1 % a
15 6 % em peso (com base no peso seco do adesivo de telhas) da composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a presente invenção. Outros componentes opcionais incluem um ou mais éteres de celulose (preferivelmente em uma quantidade total de 0,05 % a 1 % em peso, mais preferivelmente de 0,2 % a 0,5 % em peso, com base no peso seco do adesivo de telhas) para controlar a
20 reologia, retenção de água, resistência ao escorregamento e capacidade de trabalho melhorada; o pó de quartzo ou pedra calcária tendo um tamanho de partícula de 30 µm a 60 µm como co-enchedor fino para melhorar a consistência e capacidade de trabalho; e fibras de celulose ou minerais para melhorar a resistência ao escorregamento.

25 Outro uso dos pós poliméricos redispersíveis em água é nos compostos de pavimentação de auto-nivelamento SLFC. Os pós podem ser adicionados para melhorar a adesão ao substrato, a flexibilidade, a resistência à abrasão e a propriedades de maturação. O SLFC pode geralmente incluir os mesmos componentes nas mesmas quantidades como utilizado nos CBTAs.

Um retardador ou retardante, tal como citrato de trissódio (Citrato de TriNa), tal como Censperse PC13 disponível da Newchem AG, Pfaffikon, Suíça, pode ser utilizado em quantidades reduzidas, tais como pelo menos 30 % em peso, preferivelmente pelo menos 50 % em peso ou mais, se comparado às quantidades convencionais geralmente utilizadas em SLFC. Nas formas de realização da invenção, o retardante pode ser utilizado em uma quantidade de menos do que ou igual a 0,1 % em peso, por exemplo, de 0,03 % em peso a 0,07 % em peso, com base no peso do SLFC. O SLFC também pode incluir sulfato de cálcio (gipsita), um acelerador, tal como carbonato de lítio, e um agente de liquefação, dispersante, ou superplastificador, tal como um dispersante copolimérico solúvel em água, tal como MELFLUX 2651F, policarboxilatos modificados (BASF Construction Polymers, Kennesaw GA), em quantidades convencionais. Em outras formas de realização, o pó polimérico redispersível em água pode ser usado em sistemas de isolamento térmicos externos ETICS, particularmente como um adesivo na camada de borda termicamente isolada para reduzir a absorção de água e melhorar a resistência ao impacto do sistema de isolamento térmico externo.

Além disso, o pó polimérico redispersível em água de acordo com a presente invenção pode ser usado em produtos de papel, produtos de papelão, apoio de carpetes, tintas ou revestimentos ou em aglutinantes para revestimentos de madeira, papel ou tecidos ou composições de impregnação, preferivelmente na ausência de uma quantidade substancial de um agente de aglutinação hidráulico inorgânico, mais preferivelmente na ausência de qualquer quantidade de um agente de aglutinação hidráulico inorgânico. Por exemplo, o pó polimérico redispersível em água pode ser usado como o único aglutinante em composições de revestimento e em adesivos.

Os seguintes exemplos são fornecidos apenas para propósitos de ilustração e não são intencionados limitar o escopo das reivindicações que seguem. A menos que de outro modo indicado, todas as partes e porcentagens

estão em peso, todas as temperaturas estão em ° C, e todas as pressões estão em bars ou atmosférica a menos que de outro modo indicado:

EXEMPLO 1

Um pó polimérico redispersível foi produzido através da mistura de: a) um látex de estireno butadieno (SB) carboxilado formador de película solúvel em água que tem um teor de comonômeros de 62 partes de estireno, 35 partes de butadieno, e 3 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 3 % em peso de ácido itacônico, com base no peso de comonômero total), com um tamanho de partícula de 148 nm, e uma Tg de 8° C, e b) 12 % em peso de MOWIOL 4-88, com base no peso do polímero de látex. O MOWIOL 4-88 é um PVOH (álcool polivinílico) parcialmente hidrolisado na forma granular, e é disponível da Kuraray Europe GmbH, Division PVA/PVB D-65926 Frankfurt am Main, Alemanha. O MOWIOL 4-88 tem uma viscosidade DIN 53015 de $4 \pm 0,5$ mPa-s (solução aquosa a 4 % a 20° C), um grau de hidrólise (saponificação) de $87,7 \pm 1,0$ % em mol, um valor de éster DIN 53401 de 140 ± 10 mg KOH/g, um teor de acetila residual de $10,8 \pm 0,8$ % p/p, e um teor de cinzas máximo de 0,5 % (calculado como Na₂O). A mistura tem um teor de sólidos total de 38 % em peso, com base no peso total da mistura.

Esta mistura pode ser bombeada a um atomizados de bocal de dois fluidos equipado em um secador de pulverização Mobile Minor. A pressão do ar ao bocal pode ser fixada a 3 bar com 50 % de fluxo que é equivalente a 6 kg/hora de fluxo de ar. A secagem por pulverização pode ser conduzida em um ambiente de N₂ com uma temperatura de entrada fixada a 140° C, e a temperatura de saída alvejada a $50^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$ diminuindo-se a taca de alimentação da mistura. Em colaboração, pó de caulim (KaMin HG 90) pode ser adicionado na câmara para secagem por pulverização como um agente anti-torta, com a quantidade sendo controlada para ser de 12 % em peso de pós secos.

O pó polimérico de estireno-butadieno redispersível em água obtido através da secagem por pulverização ("RDP SB") pode ter um tamanho de partícula médio (X50) de 58,4 μm . O pó secado por pulverização é prontamente dispersado em água deionizada (DI) em um nível de sólidos de 1 % em peso, até a distribuição do tamanho de partícula de látex SB original.

Uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção pode ser produzida misturando-se o pó polimérico redispersível RDP SB com um poliglicol. O poliglicol utilizado pode ser VORANOL 2000L que é um polipropileno glicol, diol tendo um peso molecular médio (M_n , g/mol, como extrapolado do OH medido em uma maneira convencional) de 2000, uma faixa de número de OH de 53 a 58 (mg (KOH)/g de solução de anidrido ftálico-piridina), uma viscosidade a 25° C de 320 mPa.s, um pH de 6,0 a 7,5 (mistura 6:10 de água/isopropanal) e um ppm de K + Na máximo de 5 (por fotometria de chamas). O VORANOL 2000L, poliglicol pode ser primeiro misturado com um agente de fluxo, carregador, adsorvente, ou agente anti-torta, ZEOFREE 5161 que é uma forma de pó secado por pulverizado de uma sílica precipitada (dióxido de silício; sílica amorfa precipitada) tendo um tamanho de partícula médio de 20,0 a 35,0 micrômetros, e uma área de superfície, BET, de 160 m^2/g , produzida por J. M. Huber Finland OY, para obter um pó ou pré-mistura (DB A). A pré-mistura de polipropileno (DB A) pode conter 60 % em peso de polipropileno glicol e 40 % em peso de sílica precipitada. A pré-mistura de polipropileno pode ser misturada com o RDP SB usando um misturador convencional para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção tendo 2 % em peso de polipropileno glicol (substância ativa), com base no peso do RDP SB.

EXEMPLOS de 2 a 5

Uma composição de pó polimérico redispersível em água foi produzida como no Exemplo 1 exceto que nos Exemplos 2, 3, 4, e 5, a pré-

mistura de polipropileno (DB A) pode ser misturada com o RDP SB para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água da presente invenção tendo 1 % em peso, 3 % em peso, 5 % em peso, e 6 % em peso, respectivamente, de polipropileno glicol (substância ativa), com base no peso do SB RDP.

EXEMPLO COMPARATIVO A

Um pó polimérico redispersível em (RDP SB) como obtido no Exemplo 1 foi usado como um exemplo comparativo de um RDP que não contém qualquer poliglicol (DB A) misturado com este.

EXEMPLO COMPARATIVO B

Um pó polimérico redispersível DLP 2000 comercialmente disponível que é um copolímero de acetato de vinila-etileno (RDP VAE) tendo uma Tg de 17° C, um teor de cinzas de 10 % em peso, e é estabilizado de maneira coloidal com PVOH, produzido pela The Dow Chemical Company, Midland, Michigan foi usado como um exemplo comparativo de um RDP que não foi um RDP SB carboxilado e que não continha qualquer poliglicol (DB A) misturado com este.

EXEMPLOS COMPARATIVOS C, D, E, e F

As composições comparativas de pó polimérico redispersíveis C, D, e F foram preparadas misturando-se: um) o Copolímero RDP de acetato de vinila-etileno (RDP VAE) do Exemplo comparativo B, e b) a pré-mistura de polipropileno (DB A) do Exemplo 1 para obter as composições de pó polimérico redispersíveis em água, Comparativos C, D, E, e F, tendo respectivamente 1 %, 3 %, 5 %, e 6 % em peso de polipropileno glicol (substância ativa), com base no peso do RDP VAE. Os exemplos comparativos C a F são usados como exemplos comparativos de um RDP que não é um RDP SB carboxilado e que não contém um poliglicol (DB A) misturado com este.

EXEMPLO 6

Os componentes e suas quantidades relativas (% em peso ou partes em peso, pbw) que podem ser usados para preparar as composições de argamassa com base em cimento usando as composições de pó redispersível dos Exemplos 1 e 2, e Exemplos Comparativos A e B são mostrados na Tabela 1 abaixo. As diferentes composições de argamassa com base em cimento podem ser preparadas através da mistura seca dos componentes sólidos indicados na Tabela 1A, e depois adicionando água. Várias propriedades das composições de argamassa com base em cimento e seu desempenho podem ser testados e os resultados são mostrados na Tabela 1B.

Métodos de Teste:

Preparação de Mistura Seca: O cimento, areia, polímero, e agente de engrossamento são pesados e colocados em uma bolsa de plástico que é depois misturada a mão por 2 minutos e condicionada por 24 horas.

CE 5.12 (Viscosidade de Brookfield da argamassa úmida, umectabilidade e densidade). As viscosidades são medidas com um viscosímetro de Brookfield (Modelo RVT) em combinação com um Helipath de Brookfield permanece a 25° C. A argamassa é enchida em um copo de densidade e o eixo (T-F) é posicionado tal que este toca a superfície da argamassa.

Densidade: as argamassas são colocadas em um recipiente de volume conhecido, tampadas, e depois pesadas.

Umectabilidade: A quantidade de argamassa transferida para o final da telha

Tempo aberto: EN 1346 20 minutos, após 7 dias e após 28 dias.

Adesão: EN 1348 após 28 dias na temperatura ambiente, e 70° C, e imersão em água.

Tabela 1: Formulações de Argamassa com base em cimento.

Matéria Prima	Fórmula (partes em peso)			
	Ex. 1 SB	Ex. 1 SB	Comp A. SB	Comp A. VAE
Cimento Portland, Jura PZ 42,5	40,00	40,00	40,00	40,00
Areia Zimmerli, Areia de Sílica 0,1 a 0,45 mm	60,00	60,00	60,00	60,00
Polipropileno glicol	0,06	0,03	--	--
Pó polimérico redispersível do exemplo 1	3,00	--	--	--
Pó polimérico redispersível do exemplo 2	--	3,00	--	--
Pó polimérico redispersível do exemplo comparativo A	--	--	3,00	--
Pó polimérico redispersível do exemplo comparativo B	--	--	--	3,00
Agente de engrossamento Methocel MC 10-0148 (hidroxipropil metilcelulose) (HPMC) modificado com éter de amido, (Dow Chemical Co.)	0,40	0,40	0,40	0,40
Total, % em peso	103,46	103,43	103,40	103,40
Água	22,0	22,0	22,0	23,0

Tabela 1B: Resultados da Adesão

Resultados do Teste				
Força inicial em 28 dias N/mm ²	2,83	1,73	1,89	1,67
Tempo de abertura de 20 min em 28 dias N/mm ²	1,13	1,09	0,88	1,00
Imersão em água em 28 dias N/mm ²	2,07	1,44	1,30	1,17
Maturação por aquecimento em 28 dias 70° C N/mm ²	2,58	2,27	1,98	1,89
Umectabilidade %	95	100	100	80
Densidade kg/l	1,66	1,49	1,43	1,51
Consistência 0,5 rpm cps*1000	2596	2836	2611	2765
Consistência 5 rpm cps*1000	583	469	506	425
Consistência 50 rpm cps*1000	86	94	86	88

Como mostrado na Tabela 1B, uma melhora inesperadamente superior nos valores de adesão quando o pó polimérico de estireno-butadieno carboxilado é modificado com 0,03 % em peso de poliglicol (Exemplo 2, 1 %

em peso de poliglicol, com base no peso do RDP) e 0,06 % em peso poliglicol (Exemplo 1, 2 % em peso de poliglicol, com base no peso do RDP) e usado como uma composição de pó polimérico redispersível ao invés do mesmo pó não modificado (Exemplo comparativo A), ou um RDP VAE que não é modificado (Exemplo comparativo B).

Além disso, oito fórmulas de argamassa para as medições de consistência foram obtidas misturando-se 127,2 g de cimento, 50,4 g de água e 7,2 g das composições de RDP dos Exemplos 2, 3, e 4, e Exemplos comparativos A, B, C, D, e E, de acordo com a receita:

Receita: 127,2 g de cimento + 7,2 g (pó + substância ativa de DB A) + 50,4 g de água, onde

DB A = 4 partes de Zeofree 5161A + 6 partes de Voranol 2000 I (poliglicol); Voranol 2000E = substância ativa. Por exemplo,

7,2 g de pó (100 %)	(0 % de substância ativa)
7,13 g de pó (99 %) + 0,12 g de DB A	(1 % de substância ativa)
6,99 g de pó (97 %) + 0,35 g de DB A	(3 % de substância ativa)
6,86 g de pó (95 %) + 0,57 g de DBA	(5 % de substância ativa)

A consistência do cimento/VAE e pó de SB com misturas de DB A/água é conhecida na FIGURA única como uma função da quantidade de poliglicol adicionado, DB A [% de substância ativa]. As consistências são medidas com um T-Spindel rotativo. Como mostrado na FIGURA única, uma argamassa formulada com um RDP de estireno-butadieno carboxilado e poliglicol como nos Exemplos 2, 3, e 4 apresenta uma melhora surpreendentemente alta na consistência se comparado à consistência do RDP SB e RDP VAE que não contém um poliglicol como nos Exemplos comparativos A e B, respectivamente, e as RDPs VAE que incluem um poliglicol como nos Exemplos comparativos C, D, e E. A FIGURA única mostra o diferente comportamento do poliglicol no pó polimérico de VAE e SB redispersível/misturas cimento. O aumento da consistência com o pó de

SB não tem nenhum impacto negativo nas propriedades de aplicação. A consistência maior no caso do pó de SB indica que existe uma interação surpreendente entre o SB e o cimento

EXEMPLO 7

5 Os componentes e suas quantidades relativas (% em peso ou partes em peso, pbw) que podem ser usados para preparar as composições de argamassa com base em cimento usando as composições em pó redispersíveis do Exemplo 5 e Exemplo Comparativo F são mostrados na Tabela 2, abaixo. As diferentes composições de argamassa com base em cimento podem ser
10 preparadas através da mistura seca dos componentes sólidos indicados na Tabela 2, e depois adicionando água. Várias propriedades das composições de argamassa com base em cimento e seus desempenhos podem ser testados e os resultados são mostrados na Tabela 2.

Métodos de Teste

15 Fluxo e espalhamento: o fluxo é determinado pela medição do diâmetro do material espalhado em duas direções perpendiculares uma à outra. O diâmetro necessário depende do tamanho do tubo usado. O tubo descrito na versão de esboço de EN tem um diâmetro de 30 mm e uma altura de 50 mm. Para este tubo, o diâmetro necessário para um SLFC deve ser
20 de >150 mm

Propriedades de Absorção: As propriedades de absorção são determinadas de muitas maneiras diferentes. Não existem requerimentos definidos.

25 Viscosidade: Não há requerimento definido quanto à viscosidade. Uma viscosidade ótima, determinada por intermédio de um DIN 53 211 modificado (bocal de 6,5 mm), tem um tempo de gotejamento que varia de 25 a 60 segundos DIN. Acima dos 60 segundos DIN existe o risco de prender muito ar que não pode mais escapar. Abaixo de 25 segundos DIN, a mistura tende a espirrar e inicialmente os grumos formados não serão mais

redissolvidos por causa da perda das forças de cisalhamento.

5 Separação: A separação de fase pode ser somente subjetivamente determinada. A mistura não deve separar durante o tempo de abertura. A força coesiva em diferentes alturas da camada de SLFC deve, portanto, ser igual.

 Aparência da superfície: A determinação da aparência da superfície é feita visualmente. Nenhuma coloração, vazamento e furos devem estar presentes. Esta é avaliada subjetivamente e classificada em uma escala de 1 (muito ruim) a 5 (muito boa).

10 Propriedades de cura (força verde): A força do SLFC, que permite caminhar sobre ele, é o critério para a força verde. Os rápidos ajustes no SLFCs precisam alcançar essas propriedades após 3 a 4 horas. A cura é determinada por intermédio da determinação da força de dobra e de compressão de acordo com a EN 196. Uma força de compressão de 3 a 4 MPa
15 é considerada como suficiente.

 Força de dobra e de compressão: A força de dobra e de compressão são determinadas de acordo com a EN 196 após 1 dia, 7 dias e 28 dias. O propósito do teste de 1 dia descrito acima. Para os resultados do dia 7 e dia 28 não há valores especificados em normas. Geralmente 20 MPa após 28
20 dias é considerado com suficiente. Os materiais e partida no mercado têm uma força de dobra de cerca de 7 MPa (28 dias) e uma força de compressão de cerca de 30 MPa (28 dias).

 Resistência à abrasão: Os requerimentos para a resistência à abrasão, determinados de acordo com o teste de cadeira giratória CEN 303, é
25 dependente da área de aplicação (por exemplo pavimentos domésticos e industriais).

TABELA 2: Formulações de argamassa com base em cimento e resultados de aparência de superfície, resistência à abrasão, força de compressão e força de dobra.

Matéria prima	Fórmula (partes em peso)			
	Comp 7-A VAE	Ex. 7-1 SB	Ex. 7-2 SB	Ex. 7-2 SB
Cimento Portland, Jura PZ 42,5	32,00	32,00	32,00	32,00
Areia, Quarzsand, areia de sílica 0,1 a 0,45 mm	42,32	42,42	42,37	42,32
Pó de pedra calcária 65 microns	12,00	12,00	12,00	12,00
Cimento, LaFarge Fondu	6,00	6,00	6,00	6,00
Sulfato de Cálcio (Gipsita)	4,00	4,00	4,00	4,00
Retardante de citrato de sódio, Cenperse PC13	0,10	—	0,05	0,10
Carbonato de lítio, acelerador	0,10	0,10	0,10	0,10
Agente de liquefação Meflux 2651 F	0,40	0,40	0,40	0,40
Propileno Glicol, 6 % em peso de RDP	sim	sim	sim	sim
Composição de pó polimérico redispersível do Exemplo comparativo F (RDP VAE e 10 % de DB A)	3,00	--	--	--
Composição de pó polimérico redispersível do Exemplo 5 (RDP SB e 10 % de DB A)	--	3,00	3,00	3,00
Agente de engrossamento Methocel CP1119 (éter de hidroxipropilmetil celulose(HPMC)) (Dow chemical Co.)	0,40	0,40	0,40	0,40
Total, % em peso	100,00	100,00	100,00	100,00
Água	27,00	27,00	27,00	27,00
Resultados de teste, Propriedades				
Propriedades de fluxo	1 minuto	1 minuto	1 minuto	1 minuto
a) diâmetro de fluxo 1", mm	151	156	142	142
b) diâmetro de fluxo 15", mm	150	142	143	147
c) propriedade de fusão de fluxo, mm	98	89	95	90
Copo DIN 1" seg	40	42	46	58
Copo DIN 15" seg	67	80	71	70
Características de superfície finais				
a) Separação de fase	<5	5	5	5
b) coloração	4	>4	<5	<5
c) furos	4	5	5	5
Força de compressão N/mm ² após 3 dias	3,19	3,99	4,50	4,02
Força de compressão N/mm ² após 7 dias	3,23	3,96	6,37	5,20
Força de compressão N/mm ² após 28 dias	7,83	6,91	9,89	8,56
Força de dobra N/mm ² após 3 dias	14,03	12,08	17,00	17,69
Força de dobra N/mm ² após 7 dias	20,15	22,45	26,85	23,60
Força de dobra N/mm ² após 28 dias	30,30	26,10	33,80	33,15
Padrão de Teste da produção de pavimento				
Resultados (gramas)	30,2	2,9	3,8	16,2
	10000X	9283X	10000X	10000X

5 Como mostrado na Tabela 2, a aparência da superfície (coloração e furos) é melhorada e uma melhora inesperada (10 x) no valor de resistência à abrasão é obtida quando o polímero de estireno-butadieno

carboxilado com poliglicol é usado como uma composição de pó polimérico redispersível ao invés do Etileno-Acetato de Vinila com poliglicol. Além disso, valores de força de dobra e força de compressão inesperadamente superiores são obtidos quando a formulação contém 50 % menos de retardante (Citrato de TrNa) se comparado às quantidades padrão, o que também resulta em uma importante redução de custo.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de pó polimérico redispersível em água caracterizada pelo fato de que compreende uma mistura de:

a) um pó polimérico redispersível em água (RDP), o dito pó polimérico redispersível em água (RDP) compreendendo uma mistura co-seca de um polímero que forma película insolúvel em água e um estabilizador coloidal, o dito polímero que forma película compreendendo um copolímero de estireno-butadieno carboxilado ou o produto de copolimerização de estireno, butadieno, um ácido carboxílico e um ou mais outros monômeros e

b) um poliglicol, a quantidade de poliglicol sendo de 0,001 % em peso a 10 % em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP), em que o poliglicol pode ser misturado antes ou após a co-secagem da mistura do polímero formador de película insolúvel em água e do estabilizador coloidal.

2. Composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a reivindicação 1 caracterizada pelo fato de que a quantidade de poliglicol é de 0,01 % em peso a 5 % em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP).

3. Composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a reivindicação 1 caracterizada pelo fato de que o poliglicol é um polipropileno glicol.

4. Composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a reivindicação 1 caracterizada pelo fato de que o poliglicol tem um peso molecular médio numérico de 250 a 10.000 e o polímero formador de película insolúvel em água é um copolímero que compreende os monômeros de estireno, butadieno, e um ácido dicarboxílico insaturado.

5. Composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a reivindicação 1 caracterizada pelo fato de que o poliglicol está na forma de uma pré-mistura seca com um pó de sílica amorfa, o estabilizador

coloidal compreende um álcool polivinílico, e o polímero formador de película insolúvel em água tem uma quantidade de carboxilação de 0,1 % em peso a 15 % em peso de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, saís destes, ou misturas destes, com base no peso do polímero que
5 forma película insolúvel em água.

6. Método para produzir uma composição de pó polimérico redispersível em água caracterizado pelo fato de que compreende:

a) secar uma mistura aquosa de um polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizador coloidal para obter um pó
10 polimérico redispersível em água (RDP), em que o polímero que forma película compreende um copolímero de estireno-butadieno carboxilado ou um copolímero de estireno-butadieno copolimerizado com outro monômero, e

b) misturar o pó polimérico redispersível em água (RDP) com um poliglicol, a quantidade de poliglicol sendo de 0,001 % em peso a 10 %
15 em peso, com base no peso do pó polimérico redispersível em água (RDP), ou

c) secar uma mistura aquosa do dito polímero formador de película insolúvel em água, o dito estabilizador coloidal, e o dito poliglicol para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água, a
quantidade de poliglicol sendo de 0,001 % em peso a 10 % em peso, com
20 base no peso da composição de pó polimérico redispersível em água.

7. Método para produzir uma composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com a reivindicação 6 caracterizado pelo fato de que o poliglicol é pré-misturado com um pó de sílica amorfa para obter uma pré-mistura, e a pré-mistura é misturada com o pó polimérico redispersível
25 (RDP) para obter uma composição de pó polimérico redispersível em água, o estabilizador coloidal compreende um álcool polivinílico, e o polímero formador de película insolúvel em água tem uma quantidade de carboxilação de 0,1 % em peso a 15 % em peso de pelo menos um dicarboxílico etilenicamente insaturado, e o poliglicol é um polipropileno glicol.

8. Método para fabricar uma composição de cimento caracterizado pelo fato de que compreende misturar ingredientes de cimento com uma composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5.

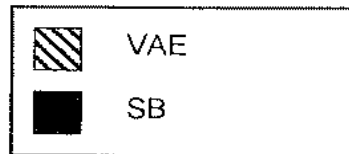
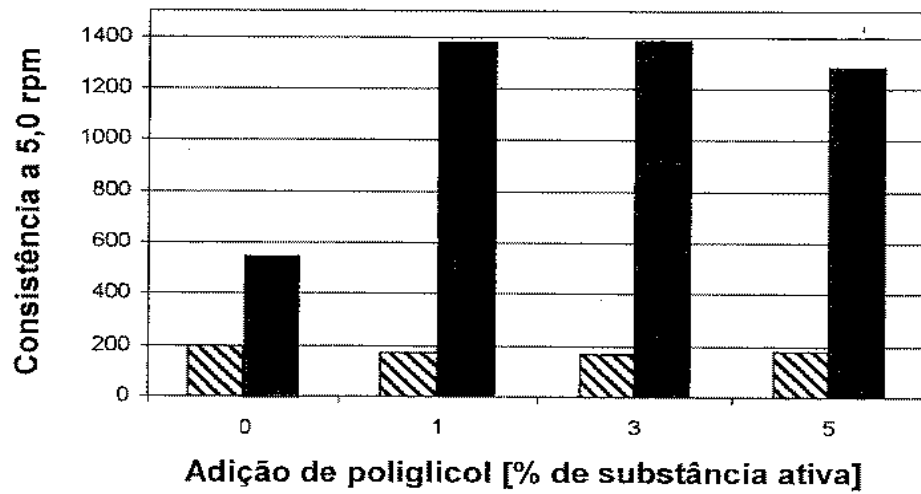
5

9. Formulação de mistura seca caracterizada pelo fato de que compreende ingredientes de cimento e uma composição de pó polimérico redispersível em água de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5 em uma quantidade de pelo menos 0,1 % em peso; com base no peso da formulação de mistura seca.

10

10. Formulação de mistura seca de acordo com a reivindicação 9 caracterizada pelo fato de que os ingredientes de cimento são, para fabricar uma um composição de pavimentação de auto-nivelamento e a mistura seca contém um retardante em uma quantidade de menos do que 0,07 % em peso, com base no peso da formulação de mistura seca.

**Consistência do cimento/Pó fr VAE e SB
com misturas de poliglicol e água**



RESUMO

“COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, MÉTODOS PARA PRODUZIR UMA COMPOSIÇÃO DE PÓ POLIMÉRICO REDISPERSÍVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, FORMULAÇÃO DE MISTURA SECA”

Composições de pó polimérico redispersíveis que incluem um poliglicol em mistura com um pó polimérico redispersível (RDP), cujo pó inclui uma mistura co-seca de um polímero de estireno-butadieno formador de película carboxilado, insolúvel em água e um estabilizador coloidal, resulta em composições de cimento tendo força de ligação geral e adesão inesperadamente superiores após a imersão em água. O uso do poliglicol fornece boa capacidade de trabalho ou facilidade do trolhamento durante a aplicação. Além disso, a composição de RDP, que inclui o RDP e o poliglicol, fornece a composição com base em cimento com excelente resistência à abrasão, aparência de superfície, e cor. Além disso, a composição de RDP fornece uma redução de pelo menos 30 %, por exemplo, uma redução de 50 % ou mais na quantidade do agente de retardamento ou retardante utilizado na formulação de mistura seca para as composições de cimento, tais como compostos ou composições de pavimentação de auto-nivelamento; e adesivos de telha com base em cimento.