



(19) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* PT 92639 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

C08F218/08 A

C09D131/04 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) *Data de depósito:* 1989.12.20

(30) *Prioridade:* 1988.12.30 GB 8830369

(43) *Data de publicação do pedido:*
1990.06.29

(45) *Data e BPI da concessão:*
05/95 1995.05.05

(73) *Titular(es):*

SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ BV.
CAREL VAN BYLANDTLAAN 30 2596 HR. THE
HAGUE NL

(72) *Inventor(es):*

HENRICUS PAULUS HUBERTUS SCHOLTEN BE
MARC STEPHEN SONDERMAN BE
JAN VERMEULEN BE
LOUISE-MARIE GUILLAUND BE

(74) *Mandatário(s):*

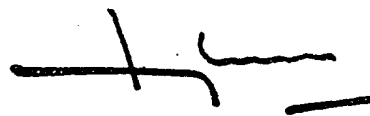
JORGE BARBOSA PEREIRA DA CRUZ
RUA DE VÍTOR CORDON 10-A 3/AND. 1200 LISBOA
PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE LÁTICES DE ÉSTERES DE VINILO

(57) *Resumo:*

[Fig.]

92.639



MEMÓRIA DESCRITIVA

Resumo

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação do conteúdo do monómero livre dos latices, formados pela polimerização de emulsão do acetato de vinilo e do(s) estere(es) de vinilo do(s) ácido(s) carboxílico(s) de cadeia ramificada, o qual pode ser reduzido pela presença de uma quantidade de 0,1 a 5% em peso, baseado no peso total dos componentes (a), (b) e

=====

SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE LÁTICES DE ESTERES DE VINILO"



(c) de um sulfonato de vinilo de um metal alcalino ou de um sulfonato de vinilo de um metal alcalino terroso, e, de preferência, de uma quantidade de 0,75% a 5% em peso.



Este invento diz respeito a látices, que contêm interpolímeros de acetato de vinilo e o(s) éster(es) de vinilo do(s) ácido(s) carboxílico(s) de cadeia ramificada, a preparação de tais látices, às composições para o seu revestimento compreendendo tais látices e aos produtos poliméricos sólidos, por exemplo revestimentos e pós de látices redispersáveis, formados pela secagem de tais látices.

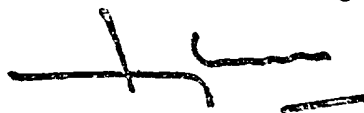
Os látices, que contêm um interpolímero do acetato de vinilo e o(s) éster(es) de vinilo de um, ou mais ácido(s) carboxílico(s) terciário(s), têm boas propriedades para o emprego em aplicações para o revestimento, por exemplo como bases para as tintas sem brilho e para as tintas de emulsão de remate para as sedas e, como tais, ou quando secas, para se formarem os pós de látex, em misturas de argamassa. Não obstante, na preparação de tais látices, uma quantidade considerável dos monómeros utilizáveis não é polimerizada. A presença dos monómeros livres, nos látices, é considerada desvantajosa. Os monómeros livres são reputados como contribuindo, consideravelmente, para o odor dos látices e dos pós de látex, para ter um efeito deletério na estabilidade do látex, e, no contexto das aplicações para o revestimento, para ter um efeito deletério na dureza, na durabilidade e na resistência ao bloqueamento das películas, formadas pela secagem dos látices. Além disso, sob o ponto de vista da toxicidade, é desejável minimizar os monómeros livres.

São conhecidas as tentativas para se reduzir o conteúdo dos monómeros de um látex, por processos mecânicos, que ajudem a evaporação dos monómeros. Por exemplo, a Patente Britânica Nº 1508813 descreve um processo de pulverização, e a Patente Britânica Nº 1494249 descreve um processo, em que um gás é feito passar através

de um cilindro rotativo, ao longo de cuja parede interior o látex flui. A transformação química tem, também sido empregada, numa tentativa para minimizar o conteúdo dos monómeros livres, como se encontra descrito, por exemplo, na patente Nº 2349602 de DE e na Patente Nº 2348585 de DE, para os látices baseados no acrilato de butilo, no acrilato de etilo ou no acrilato de metilo.

Na Patente Nº 3.654.209 dos Estados Unidos da América, divulgam-se látices, formados pela polimerização de emulsões do acetato de vinilo, do éster de vinilo do ácido 2-etilhexilcarboxílico e/ou dos ésteres de vinilo do ácido Versático, na presença de misturas de diversos estabilizadores copolimerizáveis, de agentes tensioactivos e de catalisadores de polimerização, tais como o éter de nonilfenolpoliglicol, com unidades de óxido de etileno, ou o éter de poliglicol de isotridecilálcool com unidades de óxido de etileno, o persulfato de potássio e o sulfonato de vinilo de sódio, o ácido acrílico e a acrilamida. (O ácido Versático é uma marca de fábrica).

A partir da Patente, dos Estados Unidos da América, mencionada no precedente, e, mais especificamente, a partir dos exemplos comparativos em ligação com o processo reclamado, um perito na técnica pode somente conseguir que as combinações equilibradas do ácido vinil sulfónico do ácido acrílico e da acrilamida em concentrações suficientes, devem ser aplicadas, para se obterem os látices aceitáveis. Além disso, esta Patente ensina, com clareza, um perito a levar a efeito a polimerização das emulsões, em, pelo menos, duas fases, com a finalidade de se salvaguardar que o conteúdo dos monómeros no reactor não exceda 25% em peso, referido para a mistura da reacção, e, de preferência 15% em peso.



Deve ser tomado em conta por peritos na técnica, que, da Patente dos Estados Unidos da América, mencionada no precedente, nenhuns ensinamentos possam ser conseguidos, relacionados com a manufactura dos látices, compreendendo uma quantidade acrescida, consideravelmente, dos ésteres de vinilo dos ácidos de Versático, tais como o Veova 9 e 10 (VeoVa é uma marca de fábrica), sem os conteúdos de monómeros livres desvantajosos mencionados no precedente, e revelando uma estabilidade aceitável.

Além disso, deve ser tomado em conta que estes problemas dos conteúdos dos monómeros livres, nas composições finais de látex, tornam-se mais pronunciados, somente, devido à aplicação de tais proporções dos ésteres de vinilo do ácido versático, mais elevadas, desejadas, da mistura total dos monómeros.

Por outro lado, existe, ainda uma necessidade crescente de um processo mais simples, para a preparação de látices, que tenha um conteúdo de monómeros livres, baixo, aceitável e uma estabilidade aceitável.

Por isso existe uma necessidade ainda crescente de látices, que revelam um conteúdo de monómeros livres reduzido, aceitável, derivado do acetato de vinilo e dos ésteres de vinilo do ácido Versático, manufacturados por um processo simplificado, e, com mais preferência, de látices que revelem uma proporção consideravelmente mais elevada, dos ésteres de vinilo do ácido versático, em relação ao acetato de vinilo, e para a sua preparação. Uma simplificação conhecida é o emprego do ácido acrílico, como um único monómero para a estabilização. Isto conduz a látices estáveis, mas em muitos casos, a uma transformação insuficiente de monómeros, como se revela nos exemplos em referência.

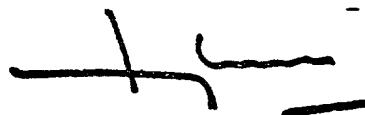


Como um resultado de uma investigação vasta e de uma experiência vasta, poderia ser desenvolvido, com surpresa, um processo simplificado, que proporcionasse tais látices desejados.

De acordo com o invento em consideração, proporciona-se um processo para a manufatura de um látex, que compreende a submissão às condições de polimerização de uma emulsão, de uma mistura de reacção aquosa, que compreende (a) o acetato de vinilo, (b) o(s) éster(es) de vinilo de um, ou mais, ácido(s) carboxílico(s) alifático(s), terciário(s), (c) um sulfonato de vinilo de um metal alcalino ou um sulfonato de vinilo de um metal ~~alcalino~~ terroso, numa quantidade de 0,1 a 5%, em peso, baseada no peso total dos componentes (a), (b) e (c).

Foi verificado, com surpresa que, pelo emprego de um único estalizador copolimerizável como componente (c), os látices podem ser manufacturados revelando um conteúdo de monómeros livres, reduzido, aceitável, e uma boa estabilidade. Além disso, foi verificado que estes resultados atraentes podem ser alcançados, efectuando-se, também, uma iniciação de redox e uma iniciação térmica, da mistura da reacção de partida, relativamente independentes das proporções relativas actuais dos componentes (a) e (b). Com mais preferência, efectua-se a iniciação de redox da mistura da reacção.

Além disso, foi verificado que os látices atraentes podem ser obtidos empregando-se misturas aquosas da reacção, que sejam livres, consideravelmente dos colóides de estabilização e que os comonómeros podem ser adicionados continuamente e não necessitam de ser adicionados à mistura da reacção, fase por fase, durante a polimerização.

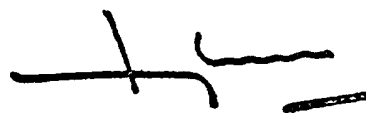


Os componentes (a) e (b) podem encontrar-se presentes, num escalão grande de proporções relativas destes componentes e, mais especificamente, no escalão de 100 partes de (a) para 100 partes de (b) até 100 partes de (a) para 900 partes de (b) e, com mais preferência, no escalão de 100 partes de (a) para 200 partes de (b) até 100 partes de (a) para 500 partes de (b).

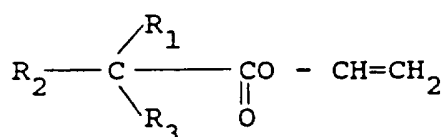
Visto que o conteúdo elevado dos monómeros livres dos látices é o mais estabelecido, e é o mais provável de dar origem à reacção contrária do consumidor em látices de qualidade mais elevada, isto é em látices em que se encontra presente uma proporção mais elevada do componente (b) pode verificar-se que o peso do componente (b) é de preferência igual ao, ou maior do que o do componente (a) por exemplo o peso do componente (b) pode ser 1 a 9 vezes o do componente (a). Uma quantidade em peso, preferida é a de 100 partes de (a) para 200 a 500 partes de (b). Com preferência para 200 a 400 partes de (b).

Como componente (c) pode empregar-se um sulfonato de vinilo, seleccionado do sulfonato de vinilo de sódio, do sulfonato de vinilo de potássio, sulfonato de vinilo de lítio, do sulfonato de vinilo de cálcio ou do sulfonato de vinilo de bário, dos quais o sulfonato de vinilo de sódio é o preferido.

De preferência, o sulfonato de vinilo é empregado numa quantidade de 0,75 a 5%, em peso, baseado no peso total dos componentes (a), (b) e (c) e com maior preferência, numa quantidade de 1 a 3% em peso, no caso da iniciação térmica, e numa quantidade de 0,1 a 0,5% em peso, no caso da iniciação de redox.



O(s) componente(s) (a) (b) podem ser representado(s) pela fórmula geral

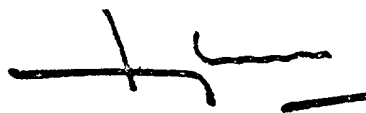


em que cada grupo R é um grupo de alquilo. De preferência, o grupo R de tal (tais) ester(es) contém(êm) 3 a 20 átomos de carbono no total, com mais preferência 3 a 13 átomos de carbono, e com mais preferência ainda, e com predominância 7 ou 8 átomos de carbono

O componente (b) pode ser um composto químico único mas mais vulgarmente, como consequência da preparação de tais produtos, será uma mistura de isômeros, que variará na ramificação da porção alifática.

Os componentes particularmente preferidos, (b) são vendidos sob a marca de fábrica "Veova 9" e "Veova 10" e compreendem um número de isômeros em que a porção ácida contém 9 e 10 átomos de carbono, respectivamente e uma quantidade pequena de homólogos concentrados.

Os constituintes (a) e (b) são os constituintes principais do interpolímero, contido num látex, produzido de acordo com o invento em consideração, mas produtos análogos podem ser preparados, mas que contenham quantidades pequenas, de preferência não mais do que 20%, em peso, baseado no peso total dos componentes (a) e (b) do(s) constituinte(s) copolimerizado(s) ulteriormente. Tais produtos estão incluídos no âmbito deste



invento.

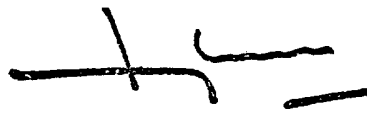
De preferência, contudo, tais interpolímeros são compostos essencialmente, e inteiramente pelos componentes descritos no precedente.

As condições de polimerização das emulsões são conhecidas da técnica, e, de um modo geral envolvem uma temperatura de 40 e 100°C. Mais especificamente, as temperaturas de 40 a 70°C são aplicadas quando se emprega a iniciação de redox, ao passo que as temperaturas de 60 e 100°C são aplicadas quando se emprega a iniciação térmica.

Deve ser tomado em conta, por um perito na técnica, que, no caso da iniciação térmica quantidades do componente (c) devem ser empregadas para se atingir os resultados mais atraentes, que são superiores a 0,5%, ao passo que, no caso da iniciação do redox, quantidades de (c) de 0,5% proporcionam, facilmente os resultados vantajosos.

Na mistura da reacção, devem ser incluídos estabilizadores suplementares, facultativamente, a serem copolimerizados, um, ou mais, iniciadores de polimerização e, facultativamente agentes tampão.

Os estabilizadores constituem, adequadamente, cerca de 1 a 4%, em peso, do látex no total. É preferível que os estabilizadores empregados no látex, compreendam, pelo menos, um agente tensioactivo, aniónico, que seja aceite como tendo um efeito benéfico na estabilidade do látex, e, em particular como tendo um efeito benéfico na estabilidade do latex, e, em particular na mistura da reacção, durante o processo da polimerização, facilitando



a formação das micelas, em que o interpolímero se forma, e, pelo menos, um agente tensio-activo não iónico, que seja aceite como contribuindo para a estabilidade do látex, ou, pelo menos, um agente tensioactivo do tipo misto aniónico/não iónico.

Os agentes tensioactivos aniónicos, adequados, incluem os sulfonatos de alquilarilo, por exemplo, os sulfonatos de alquilbenzeno; os sais de ésteres sulfosuccínicos; os sulfatos de alquilo, os sulfonatos de alquilo, os sulfatos de ésteres de hidroxietilo de ácidos monocarboxílicos, os sulfatos de alquilfenoxipoliétoxieta-nóis, os sulfatos de alquilfenoxipoliétoxieta-nóis, os sulfatos e os sulfonatos de ésteres de hidroxipropilo dos ácidos monocarboxílicos e os sulfatos de monogliceridos dos ácidos monocarboxílicos, tais como os compostos que têm 12 a 24 átomos de carbono; e os sais de ácidos monocarboxílicos de C_9-C_{19} . Adequadamente, 0,05 a 1%, em peso, do látex pode ser constituído por agentes tensioactivos aniónicos, de preferência 0,1 a 0,5%.

Os agentes tensioactivos não iónicos, incluem os produtos da reacção de compostos de hidroxí com os óxidos de alquilenos, tais como o óxido de etileno ou o óxido de propileno, por exemplo um composto da fórmula geral $R-C_6H_4-O-(CH_2-CH_2-O)_n-H$, em que R representa um grupo de alquilo de C_6-16 especialmente um grupo de alquilo de C_8-9 e n representa um número de 3 a 40; e os produtos da reacção do óxido de etileno com os éteres de propileno glicol, ou com os ácidos monocarboxílicos, adequadamente de 6 a 20 átomos de carbono, por exemplo o ácido láurico, o ácido palmítico ou o ácido esteárico, ou com os álcoois, adequadamente de 6 a 20 átomos de carbono, por exemplo o álcool de octilo, de laurilo ou de cetilo. Adequadamente 0,5 a 2% do peso do látex pode ser constituído por



agentes tensioactivos não iónicos.

Adequadamente, os agentes tensioactivos do tipo misto aniónico/não iónico incluem os sulfonatos, baseados nos éteres de poliglicol de alquilarilo.

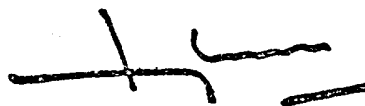
Com preferência, tanto um agente tensioactivo aniónico, como um agente tensioactivo não iónico se emprega. Especialmente preferido, é o emprego de um sulfonato de alquilarilo, em conjunto com um composto $R-C_6H_4-O-(CH_2-CH_2-O)_n-H$. por exemplo um etoxilato de fenol de nonilo.

Iniciadores adequados são compostos, que formam radicais livres. sob as condições da reacção para a polimerização das emulsões, quer pela perturbação térmica, quer pela reacção de redox, quer pela iniciação de fotos. Os iniciadores incluem os peróxidos os hidroperóxidos, os persulfatos, os peroxidifosfatos ou os compostos de diazo. Os exemplos são o peróxido de benzoílo, o peróxido de butilo diterciário, o peróxido de hidrogénio, o nitrilo alfa, alfa'-azo-isobutirico e o persulfato de sódio, de amónio ou especialmente, de potássio. 0,1 a 1% de preferência 0,2 a 0,5% do iniciador, baseado no peso da mistura da reacção se emprega adequadamente. Os compostos, que dão origem à decomposição de redox dos iniciadores designados no precedente por "per", incluem os sais de ácidos de redução do enxofre, adequadamente os sulfitos de metais alcalinos (por exemplo Na_2SO_3), os bissulfitos de metais alcalinos (por exemplo $NaHSO_3$), os metabissulfitos de metais alcalinos (por exemplo $Na_2S_2O_5$), os tiosulfatos de metais alcalinos (por exemplo $Na_2S_2O_3$) os sulfoxilatos de formaldeído de metais alcalinos (por exemplo $Na(HSO_2 \cdot CH_2O)$), e a classe preferida, as ditioni-

tes de metais alcalinos (por exemplo $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$). Tais compostos, quando empregados, podem constituir 0.1 a 0.5% do peso da mistura da reacção.

A polimerização é efectuada adequadamente, a 60 a 100°C, quando se emprega a iniciação térmica; e a 40 a 70°C, quando se emprega a iniciação de redox. Quando a iniciação de redox é empregada, a reacção é levada a efeito numa atmosfera inerte, sendo o azoto empregado, adequadamente, para limpar sobre pressão o recipiente da reacção, antes do começo da reacção, sendo o ar excluído do recipiente, durante a reacção. Os agentes tampão, adequados para o emprego no processo da polimerização são os compostos, soluveis em água, que podem impedir que o pH da mistura desça abaixo de 4, aproximadamente. Os agentes tampão, preferidos, incluem o bórax e um ácido orgânico, adequadamente o ácido acético ou o ácido acrílico ou um carbonato de um metal alcalino, ou um bicarbonato de um metal alcalino, ou um acetato. Se se empregar o ácido acrílico, no tampão, ele será copolimerizado, conferindo estabilidade ao látex, e o pH poderá ter de ser aumentado quando a polimerização se tiver completado.

Um outro objectivo do invento em consideração diz respeito a um látex, produzido pelo processo descrito no precedente, e ao interpolar, que se forma na secagem física de um tal látex, por "exemplo para formar um revestimento num substracto ou um pó, projectado para a reconstituição como um látex ou para "emprego numa argamassa, ou a um outro produto final baseado no látex. Adequadamente, o interpolímero compreende 25 a 70% do peso do látex, de preferência 40 a 60%.



Os látices, de acordo com o invento, podem ter aplicação em diversos campos, por exemplo nos revestimentos de papel e de têxteis, nos adesivos, nos vernizes, nas argamassas, nos vedantes, nas potéias, nas gomas-lacas e nas tintas, e, mais especificamente, nos revestimentos texturados. Eles são de interesse específico para a composição de gomas-lacas e de tintas, devido às suas boas propriedades de formação de películas, à sua resistência à água, ao seu poder elevado de ligação ao pigmento, à carência de viscosidade das películas, à sua resistência alcalina e a sua resistência à luz ultravioleta. As tintas, que contêm os látices do invento, contêm pigmentos e, habitualmente, contêm outros constituintes, sendo seus exemplos os agentes de enchimento, os co-solventes, os agentes de engrossamento, os agentes de dispersão, os preservativos os inibidores de corrosão e os agentes antiespuma.

Deve, por isso, ser tomado em consideração que as composições para o revestimento que compreendem os látices, de acordo com o invento em consideração, e o seu produto sólido interpolímero formado, também constituem um objectivo do invento em consideração.

O invento vai ser, agora, descrito mais completamente, com alusão aos exemplos, que se seguem.



A) Exemplos da preparação do latex - iniciação termica

Processamento

Ingredientes

Partes em peso

Carga inicial do reactor:	25,0	Água desmineralizada
	0,5	"Humifen SF 90" +
	(10%	de solução aquosa)
	2,0	"Arkopal N 230" +
	(25%	de solução aquosa)
	0,1	Persulfato de potássio
Fase aquosa da pré-emulsão	60,0	Água
	9,5	"Humifen SF 90" +
	(10%	de solução aquosa)
	6,0	"Arkopal N 230" +
	(25%	de solução aquosa)
	0,4	Persulfato de potássio
	0,4	Carbonato de potássio
Mistura de monómeros:	40,0	"Veova 10" +
	30,0	"Veova 9" +
	30,0-x	Acetato de vinilo
	x	Sulfonato de vinilo
		de sódio



+ "Humifen SF 90" é uma marca de fábrica, para um surfatante anionico de sulfonato.

"Arkopal N 230" é uma marca de fábrica, para um surfatante não iónico.

"Veova 9" e "Veova 10" são marcas de fábrica da SHELL, para ésteres de vinilo dos ácidos carboxilicos terciários.

Processamento experimental:

Uma pré-emulsão de monómeros foi preparada, adicionando-se a mistura de monómeros à fase aquosa agitada. A carga inicial do reactor foi aquecida. Assim que a temperatura da carga do reactor atingiu 80°C deu-se inicio a adição da pré-emulsão dos monómeros. A adição da pré-emulsão iniciou-se a um ritmo lento. O tempo da adição total foi cerca de 3 horas. No fim do periodo da adição, a temperatura da mistura da reacção foi mantida a 80°C, durante mais duas horas. O látex foi arrefecido e foi filtrado.

O processamento descrito no precedente desta Memória Descritiva foi seguido para a preparação das composições de látex 1, 2 e 3, de acordo com o invento, e a composição relativa A, como se encontra especificado na Tabela I.

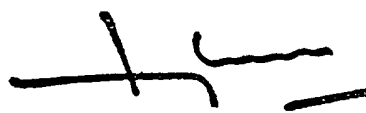


Tabela I

Exemplo da composição do látex	Partes, em peso (x) de sulfonato de vi- nilo de sódio	Transformação do monómero, em percen- tagem do total da quantidade do monóme- ro
--------------------------------------	---	--

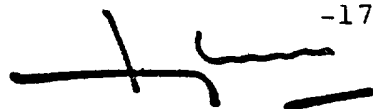
1	0,5	99,1
---	-----	------

2	1,0	99,5
---	-----	------

3	2,0	99,5
---	-----	------

(Composição A)	-	
----------------	---	--

Adicionou-se 1,0 parte,
em peso, do ácido acrílico



B) Exemplos da preparação do látex - iniciação de redox
Processamento.

Ingredientes

Partes. em peso

carga inicial do reactor:	25.0 Agua desmineralizada
	0.6 "Humifen SF 90"
	0.06 Ditionite de sódio
	($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$)
	0.09 Persulfato de potássio
	0.05 Bicarbonato de sódio
Solução do iniciador:	10.0 Agua desmineralizada
	0.29 Ditionite de sódio
	0.25 Bicarbonato de sódio
Fase aquosa de pré-emulsão:	50.0 Água desmineralizada
	0.4 "Humifen SF 90"
	10.0 "Arkopal N 230"
	(25% de solução aquosa)
	0.43 Persulfato de potássio
	x Sulfonato de vinilo
	de sódio
Mistura de monomeros:	30.0-x Acetato de vinilo
	40.0 "Veova 10"
	30.0 "Veova 9"



Processamento experimental:

O reactor foi limpo sob pressão cuidadosamente, com azoto e um fluxo pequeno de azoto foi mantido, durante a polimerização.

A carga inicial do reactor foi preparada como se segue:

O surfactante anionico e a ditionite de sodio foram dissolvidos na quantidade de agua necessaria. Quando eles estavam dissolvidos, completamente, adicionaram-se o persulfato de potassio e o bicarbonato de sodio. A pre-emulsão aquosa foi preparada, como se segue: Os surfactantes anionico e não ionico, o persulfato de potassio e sulfato de vinilo de sodio foram dissolvidos na quantidade de agua necessária.

Os monómeros foram, então, adicionados a fase aquosa agitada.

A carga inicial do reactor foi introduzida no reactor e foi aquecida a uma temperatura de 55°C. Deu-se início às adições separadas da mistura da pré-emulsão dos monómeros e da solução do iniciador. A pré-emulsão dos monómeros foi adicionada a um ritmo lento de tal modo que o tempo da adição foi cerca de 3 horas. A solução do iniciador foi adicionada a um ritmo tal que a adição durou 3,5 horas, respectivamente. Depois de a adição do iniciador se ter completado, a temperatura foi mantida a 55°C, durante mais 1,5 horas. O latex foi arrefecido e foi filtrado.

O processamento descrito foi seguido para a preparação das composições de látex 3 a 5, de acordo com o invento e a composição relativa B, como se encontra especificado na Tabela II.

Tabela II

Exemplo da composição do látex	Partes, em peso (x) do sulfonato de vinilo de sódio	Transformação do monómero, em percen- tagem do total da quantidade do monó- mero
3	0,5	99,0
4	1,0	97,8
5	2,0	98,9
(Composição) B	-	96,8

Adicionou-se 0,5 parte,
em peso, do ácido acrílico

Análise e resultados

Os látices, preparados como foi descrito no precedente, foram analisados pelo conteúdo dos ésteres de vinilo livre, como se segue:

Um protótipo de látex foi feito reagir, a 0 a 5°C, com um excesso de uma solução de bromo em ácido acético. O bromo, em excesso, foi, em seguida, determinado, iodometricamente, com uma solução de tiosulfato de sódio.

Um peso adequado do protótipo ou uma quantidade conhecida do protótipo diluída, foi introduzido num balão cônico de 250 ml, e foi dissolvido em 50 ml de ácido acético cristalizado. O balão foi tapado com uma rolha e foi imerso em gelo, durante dez minutos. Dez ml de uma solução de bromo (preparada dissolvendo-se 0,26 ml de bromo, num litro de ácido acético) foram, em seguida, adicionados, por meio de uma pipeta automática. O balão foi fechado e os conteúdos foram turbilhoados suavemente e foram recolocados no banho de gelo, durante outros três minutos. Dez ml de uma solução de iodeto de potássio e 100 ml de água destilada, ambos pré-arrefecidos em gelo, foram, em seguida, adicionados e homogeneizados. O iodo libertado foi triturado imediatamente, contra uma solução de tiosulfato de sódio a 0,01 M, empregando-se uma solução de amido, para se detectar o momento exacto final. A determinação sem expressão foi levada a efeito, da mesma maneira, omitindo-se o protótipo.

As percentagens, em peso, dos monómeros livres, nos protótipos de látex, e a trans-



formação dos monómeros, em percentagem, da quantidade total dos monómeros, foram, em seguida, calculáveis facilmente.

As conversões dos monómeros estão indicadas, nas tabelas I e II do precedente.



REIVINDICAÇÕES:

1ª. - Processo para a preparação de um látex, caracterizado por compreender a submissão às condições de polimerização de emulsão de uma mistura aquosa, que compreende (a) acetato de vinilo, (b) éster(s) vinílico(s) de um ou mais ácido(s) carboxílico(s) alifático(s), terciário(s), (c) sulfonato de vinilo de um metal alcalino, ou um sulfonato de vinilo de um metal alcalino terroso, numa quantidade de 0,1 a 5% em peso, baseado no peso total dos componentes (a), (b) e (c).

2ª. - Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a mistura de reacção aquosa se encontrar substancialmente livre de colóides de estabilização.

3ª. - Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por as proporções relativas, em peso, dos componentes (a), (b) na mistura aquosa, serem da ordem de 100 partes para 900 partes de (b).

4ª. - Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por as citadas proporções serem da ordem de 100 partes de (a) para 200 partes de (b), até 100 partes de (a) para 500 partes de (b).

5ª. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado por o constituinte interpolimérico constituir de 25 a 70% do peso do látex.



6a. - Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por o constituinte interpolimérico constituir de 40 a 60% do peso do látex.

7a. - Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado por se realizar a iniciação térmica, ou a iniciação de redox, da mistura da reacção de partida.

8a. - Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado por o componente (c) ser o sulfonato de vinilo de sódio.

9a. - Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado por o componente (c) se encontrar presente numa quantidade de 0.75 a 5% em peso, quando a iniciação térmica se realiza.

10a. - Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado por o componente (c) se encontrar presente numa quantidade de 1 a 3% em peso.

11a. - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado por o componente (c) se encontrar presente numa quantidade de 0,1 a 0,5% em peso, quando a iniciação de redox se realiza.

12a. - Processo para a preparação de composições para o revestimento, caracterizado por incluir um látex, preparado de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores e, pelo menos, um pigmento.

13a. - Processo para a preparação de um produto interpolimérico sólido, caracterizado pela secagem física de um latex preparado de acordo com as reivindicações anteriores

14a. - Processo para a preparação de um produto interpolimérico sólido, caracterizado pela secagem física de um revestimento preparado de acordo com a reivindicação 2.

15a. - Processo para a preparação de pós de látex redispersáveis, caracterizado pela secagem física dos látices, preparado de acordo com as reivindicações 1 a 11.

16a. - Processo para a preparação de uma composição para o revestimento, caracterizado por incluir os pós, preparado de acordo com a reivindicação 15.

Lisboa, 20 de Dezembro de 1989



J. PEREIRA DA CRUZ
Agente Oficial da Propriedade Industrial
RUA VICTOR CORDEN, 10-A, 1.º
1200 LISBOA