



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

(21) **PI 1105261-9 A2**

(22) Data de Depósito: 13/09/2011
(43) Data da Publicação: 15/01/2013
(RPI 2193)



(51) *Int.Cl.:*
C08F 218/08
C08F 120/56
B32B 27/04

(54) **Título:** AGLUTINANTE DE GAZE RESISTENTE A
ÁLCALI À BASE DE ACETATO DE VINILA

(30) **Prioridade Unionista:** 15/09/2010 EP 10 176 859.6,
15/06/2011 EP 11 170 025.8, 15/06/2011 EP 11 170 025.8, 15/09/2010
EP 10 176 859.6

(73) **Titular(es):** Celanese Emulsions Gmbh

(72) **Inventor(es):** Alistar John McLennan, Hendrikus C.M. Van
Boxtel, Paolo Bavaj, Peter M. Zeimentz, Rian Van Straeten, Steve
Laborda

(57) **Resumo:** AGLUTINANTE DE GAZE RESISTENTE A ÁLCALI
À BASE DE ACETATO DE VINILA. A presente invenção refere-se a
uma formulação aquosa compreendendo um polímero que é à base de
um copolímero de acetato de vinila, um sistema aglutinante
compreendendo a dita formulação aquosa e, além disso, uma
formulação aquosa compreendendo o polímero (B). A invenção
também se refere a um produto fibroso compreendendo um substrato
fibroso, assim como a formulação aquosa ou o sistema aglutinante, e
ao uso da formulação aquosa ou do sistema aglutinante para o
revestimento de fibras sintéticas ou minerais, para a fabricação de
sistemas de acabamento isolante externo (EIFS), para aumentar a
resistênciaa álcali de fibras sintéticas ou minerais, e ao uso em um
processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a
álcali. Além disso, a invenção refere-se a um método para a fabricação
da formulação aquosa.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"AGLUTINANTE DE GAZE RESISTENTE A ÁLCALI À BASE DE ACETATO DE VINILA"**.

A presente invenção refere-se a uma formulação aquosa compreendendo um polímero que é à base de um copolímero de acetato de vinila, um sistema aglutinante compreendendo a dita formulação aquosa e, além disso, uma formulação aquosa compreendendo o polímero (B). A invenção também se refere a um produto fibroso compreendendo um substrato fibroso, assim como a formulação aquosa ou o sistema aglutinante e ao uso da formulação aquosa ou do sistema aglutinante para o revestimento de fibras sintéticas ou minerais, para a fabricação de Sistemas de Acabamento Isolante Externo (EIFS), para aumentar a resistência a álcali de fibras sintéticas ou minerais e ao uso em um processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a álcali. Além disso, a invenção refere-se a um método para a fabricação da formulação aquosa.

O movimento "verde" mundial e a tendência para prédios ecoamigáveis são dois dos principais incentivos para uma maior utilização de Sistemas de Acabamento Isolante Externo (EIFS) para prédios. Preocupações com a proteção do clima também estão impulsionando muitos governos a financiar projetos de prédios ambientalmente mais amigáveis.

Há muitos incentivos no mercado para uma maior utilização de EIFS, Sistemas de Acabamento Isolante Externo, para prédios. Com o crescimento do mercado de EIFS, também cresce a necessidade de aglutinantes para as gazes de fibra de vidro. Tradicionalmente, aglutinantes à base de água ecologicamente mais amigáveis eram utilizados para as gazes, em oposição aos sistemas à base de solvente. Tanto aglutinantes acrílicos, quanto de estireno-butadieno (SBR) foram usados no passado, embora se acredite que os primeiros sejam uma escolha dispendiosa, ao passo que os segundos têm desempenho ruim com relação à resistência a álcali.

Outro incentivo do mercado é o custo crescente dos preços de energia. EIFS permitem que o prédio permaneça mais quente no inverno ao reter calor e mais frio no verão ao repeli-lo, reduzindo, dessa forma, os gran-

des custos de energia associados a prédios. É fácil entender como EIFS conseguem uma conservação de energia quando se olha para sua construção típica. EIFS normalmente consistem em um material isolante fixado ao lado externo da parede e reforçado com uma gaze de fibra de vidro. A gaze proporciona o reforço necessário para dar estabilidade ao sistema. A gaze também tem de ser compatível com a camada de argamassa protetora, um ambiente tipicamente alcalino. Além disso, tem de ser fácil de trabalhar durante a fase de aplicação, em termos da rigidez necessária, mas com um toque fácil de usar.

10 Os sistemas aglutinantes de SBR atualmente comercialmente disponíveis exibem desempenho ruim para a resistência a álcali. Entretanto, há uma grande demanda por gazes de fibra de vidro que sejam usadas em EIFS e que demonstrem uma resistência a álcali e atendam à nova norma europeia ETAG 004. Essa norma descreve um teste em que gazes impregnadas são colocadas em uma solução alcalina durante 28 dias. Os espécimes são testados quanto à resistência à tração antes e depois da exposição ao álcali e têm de atingir valores de resistência à tração de pelo menos 200 N/cm após o teste alcalino. Além do mais, depois de envelhecer, a resistência à tração não deve ser menor que 50% da amostra não envelhecida no meio alcalino. A razão dessa exigência de resistência alcalina são as condições fortemente alcalinas na aplicação final, em que a gaze é colocada no cimento. Em geral, usa-se vidro-padrão, e o ataque alcalino levaria a uma redução na resistência à tração do vidro. O aglutinante reveste os filamentos de vidro e os protege do ataque alcalino, mantendo, assim, a resistência de reforço do vidro.

25 Além disso, há uma demanda por um sistema aglutinante que proporcione uma melhor coesão dos fios de trama e urdidura, conferindo, ao mesmo tempo, mais rigidez à malha, o que torna, portanto, mais fácil a manipulação. Assim, o equilíbrio ótimo deve ser suficientemente macio para ser enrolado, mostrando ainda, ao mesmo tempo, uma rigidez suficiente durante o assentamento.

A US 10/0167609 A1 expõe o uso de copolímeros aquosos co-

mo aglutinantes para a ligação e revestimento de estruturas fibrosas, como panos tecidos, não tecidos e enchimentos de fibras têxteis ou fios têxteis. Os copolímeros usados se baseiam em acetato de vinila e ésteres vinílicos de ácido neolcanoico. Entretanto, para as exigências das Diretrizes Europeias de Aprovação Técnica (ETAG 004) para produtos de construção, particularmente a resistência à tração nas direções de trama e urdidura não são ótimos.

O US 2010/0167610 A1 expõe dispersões aquosas compreendendo copolímeros que são predominantemente compostos por monômeros de acetato de vinila e unidades monoméricas de ésteres vinílicos de ácidos graxos alfa-monossustituídos, como 2-etilexanoato de vinila. As formulações aquosas podem ser usadas como aglutinantes para substratos fibrosos, como produtos tecidos ou não tecidos, incluindo têxteis, vestuário em geral, papéis, gaze, tecidos planejados, fibras de vidro ou outro mineral, materiais de telhado ou piso. Entretanto, a resistência alcalina de fibras minerais, como fibras de vidro, que são revestidas com a dita formulação aglutinante ainda pode ser melhorada.

É um objetivo da presente invenção apresentar formulações aquosas e sistemas aglutinantes que possam ser usados para aumentar a resistência alcalina de gases de fibra de vidro. Além disso, é um objetivo da presente invenção apresentar formulações aquosas, sistemas aglutinantes e produtos fibrosos que superem os problemas acima mencionados.

Descobriu-se que uma formulação aquosa que compreende um copolímero de acetato de vinila específico apresenta uma solução para os problemas acima mencionados.

A primeira modalidade da presente invenção é um produto fibroso compreendendo uma gaze de fibra de vidro e uma formulação aquosa compreendendo o polímero (A) que é obtido por polimerização de uma mistura de monômeros compreendendo ou consistindo em:

- a) 55 a 90% em peso de acetato de vinila,
- b) 5 a 40% em peso de etileno,
- c) 0,5 a 10% em peso de um agente autorreticulável etilenica-

mente insaturado, e

d) até 10% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que sejam diferentes dos monômeros a) a c),

mediante polimerização em emulsão de radicais livres, e em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

A formulação aquosa compreende como um componente essencial o polímero (A).

O polímero (A) que está presente na formulação aquosa é, de preferência, obtido por polimerização por radicais de uma mistura de monômeros compreendendo ou consistindo essencialmente nos monômeros a) a d) nas quantidades acima definidas. Os monômeros que podem ser usados na mistura de monômeros para se obter o polímero (A) são descritos a seguir em maiores detalhes.

Monômero a)

O monômero a) é acetato de vinila que está presente na mistura de monômeros em uma quantidade variando de 55 a 90% em peso. De preferência, a mistura de monômeros compreende monômero a) em uma quantidade variando de 60 a 85% em peso, mais preferivelmente de 65 a 80% em peso, em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

Monômero b)

O monômero b) é etileno que está presente na mistura de monômeros em uma quantidade variando de 5 a 40% em peso. De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, a mistura de monômeros compreende monômero b) em uma quantidade variando de 10 a 35% em peso, mais preferivelmente de 15 a 30% em peso e, o mais preferivelmente, de 20 a 25% em peso, em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

Monômero c)

O monômero c) é um agente autorreticulável etilenicamente insaturado que está presente na mistura de monômeros em uma quantidade variando de 1 a 8% em peso. A mistura de monômeros compreende, de pre-

ferência, de 2 a 7% em peso e, mais preferivelmente, de 3 a 6% em peso de monômero c), em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros. O monômero c) é um monômero autorreticulável (às vezes chamado na técnica de comonômero pós-reticulável). O agente autorreticulável etilenicamente insaturado (monômero c)) é, de preferência, pelo menos um selecionado do grupo que consiste em ácido acrilamidoglicólico (AGA), metil éter acrilamidoglicolato de metila, N-metilolacrilamida (NMA), N-metilolmetacrilamida (NMMA), alil-N-metilolcarbamato, éter alquílico de N-metilolacrilamida, de N-metilolmetacrilamida ou de alil-N-metilolcarbamato, éster de N-metilolacrilamida, de N-metilolmetacrilamida ou de alil-N-metilolcarbamato.

Resultados particularmente bons puderam ser obtidos quando o monômero c) é N-metilolacrilamida (NMA) e/ou N-metilolmetacrilamida (NMMA).

15 Monômero d)

O monômero d) é um monômero etilenicamente insaturado que é diferente dos monômeros a), b) e c). O monômero d) está opcionalmente presente na mistura de monômeros em uma quantidade de até 10% em peso, de preferência até 5% em peso. De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção a mistura de monômeros compreende monômero d) em uma quantidade de menos de 2,5% em peso, mais preferivelmente menos de 0,5% em peso, em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros. De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, o monômero d) é um monômero etilenicamente insaturado que porta pelo menos um grupo ácido e/ou sal ácido, de preferência selecionado do grupo que consiste em ácido carboxílico, ácido sulfônico, ácido fosfórico, ácido fosfônico e os sais de metais alcalinos ou sais de amônio dos mesmos.

Exemplos não limitativos de monômero d) são monômeros iônicos etilenicamente insaturados, como compostos portando pelo menos um grupo ácido carboxílico, ácido sulfônico, ácido fosfórico ou ácido fosfônico diretamente adjacente à unidade de dupla ligação ou então estão ligados a

ele mediante um espaçador. Os exemplos incluem ácidos C_3 - C_8 -monocarboxílicos α , β -insaturados, ácidos C_4 - C_8 -dicarboxílicos α , β -insaturados e anidridos dos mesmos, e monoésteres de ácidos C_4 - C_8 -dicarboxílicos α , β -insaturados.

- 5 Dá-se preferência a ácidos monocarboxílicos insaturados, por exemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico e ácido crotônico anidridos dos mesmos; ácidos dicarboxílicos insaturados, por exemplo, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacônico e ácido citracônico e seus monoésteres com C_1 - C_{12} -alcanóis, como maleato de monometila e maleato de mono-n-butila. Outros monômeros iônicos etilenicamente insaturados preferidos são ácidos sulfônicos etilenicamente insaturados, por exemplo, ácido vinilsulfônico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropanossulfônico, ácido 2-acrilolóxi- e 2-metacriloloxietanossulfônico, ácido 3-acrilolóxi- e 3-metacriloloxipropanossulfônico e ácido vinilbenzenossulfônico, e ácidos fosfônicos etilenicamente insaturados, por exemplo, ácido vinilfosfônico.

Além disso, assim como os ácidos mencionados, também é possível usar sais dos mesmos, de preferência sais de metais alcalinos dos mesmos ou sais de amônio dos mesmos e particularmente sais de sódio dos mesmos, por exemplo, os sais de sódio de ácido vinilsulfônico e de ácido 2-acrilamidopropanossulfônico. Além disso, o monômero d) é, preferivelmente, acrilamida.

De preferência, a formulação aquosa compreende o polímero (A) que é obtido por polimerização de uma mistura de monômeros, compreendendo:

- 25 a) 60 a 85% em peso de acetato de vinila,
 b) 10 a 35% em peso de etileno,
 c) 1 a 8% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado,
 e
 d) até 5% em peso, de preferência até 2,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que sejam diferentes dos monômeros a) a c),
 30 em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

Além disso, de preferência, a formulação aquosa compreende o polímero (A) que é obtido por polimerização de uma mistura de monômeros compreendendo:

- a) 65 a 80% em peso de acetato de vinila,
 - 5 b) 15 a 30% em peso de etileno,
 - c) 2 a 6% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e
 - d) até 0,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que sejam diferentes dos monômeros a) a c),
- 10 em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

É particularmente preferida uma formulação aquosa compreendendo o polímero (A) que é obtido por polimerização de uma mistura de monômeros, compreendendo:

- 15 a) 70 a 75% em peso de acetato de vinila,
 - b) 20 a 25% em peso de etileno,
 - c) 3 a 6% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e
 - d) até 0,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que sejam diferentes dos monômeros a) a c),
- 20 em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

- De preferência, a razão em peso de monômero a) para monômero b) na mistura de monômeros varia de 2:1 a 6:1, mais preferivelmente de 3:1 a 5:1 e, o mais preferivelmente, de 3:1 a 4:1. Além disso, de preferência, a razão em peso de monômero b) para monômero c) na mistura de monômeros é de 6:1 a 15:1, mais preferivelmente de 9:1 a 12:1.
- 25

- A mistura de monômeros usada para se obter o polímero (A) é, de preferência, essencialmente livre de éster vinílico de ácidos graxos com mais de 4 átomos de carbono, de preferência essencialmente livre de éster vinílico de ácidos graxos alfa-monossustituídos com mais de 4 átomos de carbono.
- 30

Além disso, de acordo com uma modalidade preferida, a mistura de monômeros é essencialmente livre de éster vinílico de ácido neoalcanoico, de preferência essencialmente livre de éster vinílico de ácido neoalcanoico com mais de 5 átomos de carbono.

- 5 De preferência, a mistura de monômeros é essencialmente livre de éster vinílico de ácido carboxílicos com mais de 2 átomos de carbono.

Essencialmente livre, dentro do contexto da presente invenção, significa que o monômero pode estar presente na mistura de monômeros em uma quantidade de menos de 3% em peso, de preferência menos de 1% em peso, mais preferivelmente menos de 0,5% em peso, o mais preferivelmente menos de 0,1% em peso e, de maneira particularmente preferida, livre do monômero, em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

- 15 O polímero (A) tem, de preferência, uma temperatura de transição de vidro (T_g) de menos de 25°C, mais preferivelmente de menos de 10°C, ainda mais preferivelmente de menos de 0°C e, de maneira particularmente preferida, variando de -20°C a -5°C.

A temperatura de transição de vidro (T_g) é determinada de acordo com ASTM E 1356 por colorimetria de varredura diferencial (DSC), usando um Mettler DSC 820 com um sistema de resfriamento por N₂ fluido. A faixa testada é de -80°C a 130°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

O polímero (A) é obtido por polimerização de uma mistura de monômeros mediante polimerização em emulsão de radicais livres. Consequentemente, a polimerização é realizada, de preferência, na presença de um emulsificador. De acordo com uma modalidade preferida, a polimerização é realizada na presença de um tensoativo não iônico, de preferência alcoóis ou fenóis alifáticos etoxilados, mais preferivelmente selecionado do grupo que consiste em C₈ a C₂₂ alcoóis com um grau médio de etoxilação de 3 a 50, mono-, di- e trialquilfenóis com um radical alquila com 4 a 9 átomos de carbono e um grau médio de etoxilação de 3 a 50. Preferem-se emulsificadores essencialmente livres de frações alquilfenol.

A formulação aquosa de preferência compreende, além disso, um coloide protetor que é, mais preferivelmente, selecionado do grupo que consiste em hidroxietil celulose, amido e álcool polivinílico.

5 A formulação aquosa tem, de preferência, uma viscosidade variando de 50 a 2.500 mPas, de preferência variando de 50 a 2.000 mPas, mais preferivelmente variando de 50 a 1.700 mPas, determinada a 25°C com um Brookfield DV-I a 20 rpm; fuso 2.

10 A formulação aquosa tem, de preferência, um teor de sólidos de pelo menos 35% em peso, mais preferivelmente pelo menos 40% em peso, o mais preferivelmente um teor de sólidos variando de 45 a 60% em peso, com base no peso total da formulação aquosa. O teor de sólidos é determinado por secagem de 1 a 2g da formulação aquosa a 105°C durante 4 horas. Subsequentemente, mede-se o peso do resíduo seco.

15 De acordo com uma modalidade preferida adicional, a formulação aquosa tem uma granulação de menos de 0,1% em peso, de preferência de menos de 0,02% em peso, o mais preferivelmente de menos de 0,01% em peso. A granulação é determinada por filtração de 100g da formulação aquosa através de um filtro de 40 µm e subsequentemente secagem e pesagem da granulação seca. A porcentagem em peso é baseada no peso
20 total da formulação aquosa.

De acordo com uma modalidade preferida, a formulação aquosa compreende emulsificadores, coloides protetores e outros aditivos opcionais, de preferência aditivos que possam ser usados durante a síntese do polímero (A). Além disso, de preferência, a formulação aquosa é filtrada através de
25 um filtro de 100 µm para separar possíveis partículas grosseiras.

A formulação aquosa é obtida, de preferência, pelo método que compreende as seguintes etapas:

- i) polimerização por radicais de uma mistura de monômeros compreendendo ou consistindo em:
30
 - a) 55 a 90% em peso de acetato de vinila,
 - b) 5 a 40% em peso de etileno,
 - c) 0,5 a 10% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente

insaturado, e

- d) até 10% em peso, de preferência até 5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que sejam diferentes dos monômeros a) a c); em que o peso se baseia no peso total dos mo-

5 nômicos na mistura de monômeros,

na presença de um iniciador de radicais e em uma composição aquosa que compreende um emulsificador e um coloide protetor,

- ii) opcionalmente, remoção de substâncias odoríferas e/ou substâncias orgânicas voláteis, e

10 iii) opcionalmente, filtração da mistura de reação.

As modalidades preferidas mencionadas com relação aos monômeros a), b), c) e d), assim como os emulsificadores e coloides protetores com relação à formulação aquosa também se aplicam ao método da presente invenção.

15 Iniciadores de polimerização por radicais livres adequados são todos iniciadores conhecidos que são capazes de iniciar uma polimerização em emulsão aquosa por radicais livres. Podem ser tanto peróxidos como, por exemplo, peroxodissulfatos de metais alcalinos, quanto compostos azo. Outros iniciadores de polimerização que podem ser usados são os chama-

20 dos iniciadores redox, que são compostos por pelo menos um agente redutor orgânico e/ou inorgânico e pelo menos um peróxido e/ou hidroperóxido como, por exemplo, hidroperóxido de terc-butila, com compostos de enxofre como, por exemplo, o sal sódico de ácido hidroximetanossulfínico, sulfito de sódio, dissulfito de sódio, tiosulfato de sódio e produto de adição de aceto-

25 na e bissulfito, ou peróxido de hidrogênio com ácido ascórbico. Sistemas combinados que contêm uma pequena quantidade de composto metálico que seja solúvel no meio de polimerização e cujo componente metálico possa ocorrer em uma pluralidade de estados de valência como, por exemplo, ácido ascórbico/sulfato de ferro/peróxido de hidrogênio, também podem ser

30 usados, o sal sódico de ácido hidroximetanossulfínico, o produto de adição de acetona e bissulfito, sulfito de sódio, hidrogênio sulfito de sódio ou bissulfito de sódio frequentemente também sendo usados, em vez do ácido ascór-

bico e peróxidos orgânicos como, por exemplo, hidroperóxido de terc-butila, ou peroxodissulfatos de metais alcalinos e/ou peroxodissulfato de amônio sendo usados em vez de peróxido de hidrogênio. Em vez do dito produto de adição de acetona e bissulfito, também é possível usar outros produtos de adição de bissulfito conhecidos por aqueles versados na técnica, conforme descrito, por exemplo, no EP-A-0 778 290 e na literatura aí citada. Além disso, iniciadores preferidos são os peroxodissulfatos como, por exemplo, peroxodissulfato de sódio. A quantidade dos sistemas iniciadores de radicais livres usada é, de preferência, de 0,05 a 2,0% em peso, com base na quantidade total dos monômeros a serem polimerizados.

O peso molecular dos copolímeros de éster vinílico pode ser ajustado pela adição de pequenas quantidades de uma ou mais substâncias que regulem o peso molecular. Esses chamados "agentes de transferência de cadeia" em geral são usados em uma quantidade de até 2% em peso, com base nos monômeros a serem polimerizados. "Agentes de transferência de cadeia" que podem ser usados são todas aquelas substâncias que são conhecidas por aqueles versados na técnica.

Por exemplo, preferem-se compostos tio orgânicos, silanos, alcoóis alílicos e aldeídos.

A polimerização em emulsão normalmente é efetuada pelo procedimento em bateladas, de preferência por um método semicontínuo. Em métodos semicontínuos, a quantidade principal, isto é, pelo menos 70%, de preferência pelo menos 80%, dos monômeros líquidos a serem polimerizados é alimentada continuamente (incluindo um procedimento por gradiente de etapas) à batelada de polimerização. Esse procedimento também é chamado de método de alimentação de monômero, alimentação de monômero sendo entendida como significando a dosagem de monômeros gasosos, misturas de monômeros líquidos, soluções de monômeros ou, em particular, emulsões aquosas de monômeros. A dosagem dos monômeros individuais pode ser efetuada mediante alimentações separadas.

Além do método de produção livre de semente, a polimerização em emulsão também pode ser efetuada pelo método de semente de

látex ou na presença de sementes de látex produzidas *in situ*, para estabelecer um tamanho de partícula polimérica definido. Esses métodos são conhecidos e estão descritos em detalhes em um grande número de pedidos de patentes (por exemplo, EP-A-0 040 419 e EP-A-0 567 812) e publicações

5 ("Encyclopedia of Polymer Science and Technology", Vol. 5, John Wiley & Sons Inc., New York 1966, página 847).

Depois da reação de polimerização real, pode ser desejável e/ou necessário livrar substancialmente a formulação aquosa de acordo com a invenção de substâncias odoríferas como, por exemplo, monômeros residuais e outros constituintes orgânicos voláteis. Isso pode ser conseguido de

10 maneira já conhecida, por exemplo, fisicamente por remoção destilatória (em particular mediante destilação de vapor) ou por extração com um gás inerte. Além disso, a redução dos monômeros residuais também pode ser efetuada quimicamente por pós-polimerização por radicais livres, em particular pela

15 ação dos sistemas iniciadores redox, conforme descrito, por exemplo, no DE-A-44 35 423. Prefere-se uma pós-polimerização com um sistema iniciador redox compreendendo pelo menos um peróxido orgânico e um sulfito orgânico e/ou inorgânico. Uma combinação de métodos físicos e químicos é particularmente preferida, a redução adicional do teor de monômero residual

20 sendo efetuada por meio de métodos físicos a, de preferência, <1.000 ppm, de maneira particularmente preferida <500 ppm, em particular <100, após redução do teor de monômero residual por pós-polimerização química.

De acordo com uma modalidade preferida do método, a mistura de reação é finalmente filtrada para separar partículas poliméricas grosseiras.

25 De acordo com uma modalidade preferida, após a polimerização da mistura de monômeros, a mistura de reação é filtrada através de um filtro de 100 µm para se obter a formulação aquosa.

Descobriu-se, surpreendentemente, que resultados particularmente bons em termos de resistência a álcali e processabilidade podem ser

30 obtidos com um sistema aglutinante que compreende a formulação aquosa.

Uma modalidade adicional da presente invenção é um sistema aglutinante, compreendendo:

- i) uma formulação aquosa de acordo com a presente invenção, e
- ii) uma formulação aquosa compreendendo o polímero (B) que é um polímero com uma temperatura de transição de vidro (Tg) variando de 10 a 50°C, de preferência de 15 a 50°C, mais preferivelmente de 20 a 50°C, ainda mais preferivelmente variando de 30 a 40°C.

O polímero (B) é diferente do polímero (A).

O polímero (B) pode ser qualquer polímero que é, de preferência, obtido por polimerização por radicais de um monômero ou uma mistura de monômeros. De acordo com uma modalidade preferida, polímero (B) é um copolímero compreendendo unidades monoméricas selecionadas do grupo que consiste em estireno, butadieno, derivados (met)acrílicos, acetato de vinila e misturas dos mesmos. O polímero (B) é, de preferência, um copolímero obtido por polimerização por radicais de uma mistura de monômeros compreendendo estireno e butadieno ou estireno e derivados (met)acrílicos, como éster de ácido (met)acrílico ou amidas (met)acrílicas.

É particularmente preferido um polímero (B) que é obtido por polimerização por radicais de uma mistura de monômeros compreendendo pelo menos 90% em peso, de preferência pelo menos 95% em peso de acetato de vinila e opcionalmente outros comonômeros polimerizáveis por radicais, de preferência N-metilolacrilamida. Um exemplo de um polímero (B) adequado é o Vinamul® 6044, da Celanese.

Um sistema aglutinante particularmente preferido da invenção compreende:

- i) uma formulação aquosa de acordo com a presente invenção, e
- ii) uma formulação aquosa compreendendo o polímero (B) que é obtido por polimerização por radicais de uma mistura de monômeros compreendendo pelo menos 90% em peso, de preferência pelo menos 95% em peso de acetato de vinila e opcionalmente outros comonômeros polimerizáveis por radicais, de preferência N-metilolacrilamida.

De preferência, o sistema aglutinante da presente invenção tem uma razão em peso de polímero (A) para polímero (B) que varia de 1:99 a 99:1, de preferência de 8:2 a 2:8, mais preferivelmente de 6:4 a 4:6 e, o mais

preferivelmente, de 5,5:4,5 a 4,5:5,5.

A formulação aquosa ii) que compreende o polímero (B) e que está presente no sistema aglutinante da invenção tem, de preferência, um teor de sólidos de mais de 40% em peso, de preferência variando de 45 a 5 60% em peso, com base no peso da formulação aquosa ii).

Uma modalidade adicional da presente invenção é um kit compreendendo a formulação aquosa da presente invenção separadamente da formulação aquosa ii). O kit pode ser vendido a usuários que podem preparar o sistema aglutinante da invenção por simples mistura da formulação 10 aquosa da invenção com a formulação aquosa ii) compreendendo o polímero (B) conforme acima definido.

A formulação aquosa da presente invenção e particularmente o sistema aglutinante da presente invenção demonstram um excelente desempenho em termos de resistência a álcali e processabilidade quando aplicados a produtos fibrosos. Consequentemente, uma modalidade adicional 15 da presente invenção é um produto fibroso compreendendo um substrato fibroso e/ou um sistema aglutinante da presente invenção.

De preferência, o produto fibroso da presente invenção compreende um substrato fibroso que é uma gaze de fibra de vidro.

20 De acordo com uma modalidade preferida, a formulação aquosa ou o sistema aglutinante é aplicado à gaze de fibra de vidro e subsequentemente curado, de preferência termicamente curado. De preferência, o substrato fibroso que recebe a aplicação da formulação aquosa ou do sistema aglutinante da presente invenção é curado a uma temperatura acima de 25 100°C, de preferência a uma temperatura acima de 140°C e mais preferivelmente a uma temperatura variando de 150 a 250°C. Geralmente, a temperatura é aplicada durante um tempo suficiente para curar pelo menos parcialmente o sistema aglutinante.

Uma modalidade adicional da presente invenção é o uso da formulação aquosa da presente invenção ou do sistema aglutinante da invenção 30 para o revestimento de fibras sintéticas ou minerais, de preferência gazes de fibra de vidro.

Uma modalidade adicional é o uso da formulação aquosa ou do sistema aglutinante da presente invenção para a fabricação de Sistemas de Acabamento Isolante Externo (EIFS).

5 Uma modalidade adicional é o uso da formulação aquosa ou do sistema aglutinante da presente invenção para aumentar a resistência a álcali de fibras sintéticas ou minerais, particularmente gazes de fibra de vidro.

Uma modalidade adicional da presente invenção é o uso da formulação aquosa da invenção ou do sistema aglutinante da invenção em um processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a álcali.

10 A gaze de fibra de vidro usada na presente invenção normalmente tem fibras orientadas. A gaze de fibra de vidro, de preferência, compreende ou consiste em uma gaze de vidro de malha aberta. A gaze de vidro de malha aberta é formada por uma pluralidade de fios de vidro multifilamentosos, contínuos e entrecruzados, que estão ligados em seus pontos de cruzamento para conferir estabilidade dimensional à gaze de vidro. De acordo com uma modalidade preferida, a gaze de vidro é formada por uma pluralidade de fios de vidro geralmente transversais e uma pluralidade de fios de vidro geralmente longitudinais, que estão ligados em seus pontos de cruzamento para conferir estabilidade dimensional à gaze de vidro. A gaze de vidro pode ser formada por ou incluir fios de várias orientações, em vez de ou além de fios geralmente transversais e geralmente longitudinais, incluindo fios diagonalmente orientados, fios aleatoriamente orientados e fios em uma orientação 0°/60°/120°, que se entrecruzam e estão ligados em seus pontos de cruzamento e definem uma gaze de malha geralmente aberta. A gaze
20 pode ser tecida, entrelaçada ou não tecida. De preferência, as gazes de fibra de vidro compreendem fios transversais, e os fios longitudinais são não tecidos. A gaze de fibra de vidro pode ser formada pelo aparelho e processo apresentados na patente norte-americana nº 4.242.779, que é aqui incorporada por referência. Esse processo envolve o uso de um aparelho para a
30 formação de uma rede de fios transversais (trama) para uso na gaze e, subsequentemente, a superposição de uma ou mais redes de fios longitudinais (urdidura) em cima da rede de fios de trama, para formar a gaze de vidro de

malha aberta.

O número de fios transversais e de fios longitudinais da gaze de fibra de vidro pode ser definido pelo número de aberturas de malha da gaze. A gaze tem, de preferência, menos de cerca de 100 aberturas de malha por polegada quadrada (isto é, uma contagem de passada de menos de 10 por 10) ou 155.000 aberturas de malha por metro quadrado. Alternativamente, a gaze pode ter menos de 70 aberturas de malha por polegada quadrada, ou aproximadamente 108.500 aberturas de malha por metro quadrado ou ainda menos de 50 aberturas de malha por polegada quadrada, ou aproximadamente 77.500 aberturas por metro quadrado. Geralmente, os fios individuais usados para formar a gaze de fibra de vidro podem ter um tamanho variando de cerca de 1.800 m/kg a cerca de 18.000 m/kg. Além disso, o formato de seção transversal dos fios pode incluir superfícies planas e curvas ou, alternativamente, pode ser circular, elíptico ou poligonal, para relacionar alguns exemplos não limitativos de formatos. De preferência, os fios transversais e os fios longitudinais que estão presentes na gaze de fibra de vidro são ligados em seus pontos de cruzamento pelo aglutinante polimérico.

Os exemplos a seguir são apresentados para melhor ilustrar a presente invenção e não devem ser tomados como limitativos da invenção.

20 Abreviações:

VA: monômero acetato de vinila, obtido na Celanese Chemicals Europe GmbH;

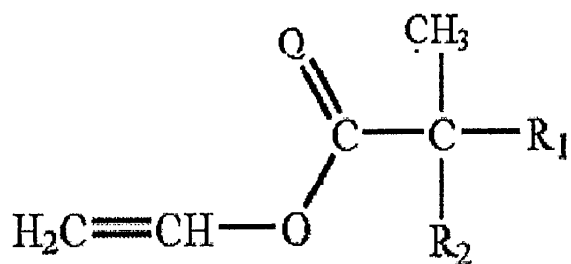
V2EH: monômero 2-etil-hexanoato de vinila, disponível na Japan VAM e Poval Co, Ltd; usado como fornecido;

25 E: monômero de etileno;

NMA-LF: uma mistura de N-metilolacrilamida/acrilamida (razão em peso: 7:5) (solução aq. a 48%) comercialmente disponível na Cytec Industries.

SVS: Vinil sulfonato de sódio

30 VeoVa10: Os ésteres vinílicos de ácidos neoalcanoicos têm a seguinte estrutura geral:



em que R₁ e R₂ são grupos alquila que, juntos, tipicamente podem conter coletivamente de cerca de 6 a 8 átomos de carbono. Ésteres vinílicos neoalcanoicos VeoVa[®] são disponíveis na Hexion Specialty Chemicals de Columbus, Ohio. No VeoVa[®] 10, R₁ e R₂ contêm juntos cerca de 7 átomos de carbono.

Métodos Gerais de Medição:

O teor de sólidos foi medido por secagem de 1 a 2g da dispersão aquosa a 105°C durante 4 horas, então, divisão do peso do polímero seco pelo peso da dispersão.

10 A viscosidade foi determinada a 25°C usando um viscosímetro Brookfield DV-1+, fuso 2, velocidade de 20 rpm.

A granulação foi determinada por filtração de 100g da dispersão através de um filtro de 40 µ, secagem e pesagem da granulação seca. Isso é expresso como uma % da dispersão molhada.

15 A determinação da temperatura de transição de vidro, (T_g), foi de acordo com ASTM E 1356 por Calorimetria de Varredura Diferencial, (DSC), usando um Mettler DSC 820 com um sistema de resfriamento por N₂ fluido. A faixa testada é de -80°C a 130°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

20 Exemplo 1 (Preparação da formulação aquosa)

Preparou-se uma solução aquosa pela adição de 125,8g de uma solução aquosa a 10% de hidroxietil celulose, com uma viscosidade Brookfield a uma concentração de 5% de 100 - 180 mPa.s a 25°C, (Natrosol[®] 250 LR da Aqualon), e 98,1g de uma solução aquosa a 70% de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen[®] EPN 287 da Clariant), a 25 3.011g de água desionizada enquanto se agitava. 38,1g de uma solução

30% ativa de vinilsulfonato de sódio foram adicionados, seguidos por 0,19g de sal de Mohr, então, o pH foi ajustado a pH 4,4 com o uso de ácido fosfórico. Então, a solução aquosa foi carregada em um reator de pressão de 10 litros equipado com um agitador, bombas de dosagem e um medidor de fluxo de massa para a dosagem de etileno. O reator foi desagaseificado evacuando-se duas vezes, então, pressurizando-se com nitrogênio a 200 kPa (2 bar), então, finalmente evacuando-se.

O reator foi aquecido a 35°C. 686,5g de acetato de vinila foram bombeados ao reator, então, 1.144,1g de etileno foram dosados ao reator, seguidos por 15% de uma solução compreendendo 15,1g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada.

Quando a temperatura do reator estabilizou em 35°C, as adições de uma solução de 30,2g de persulfato de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada e do restante da solução de metabissulfito de sódio foram começadas a uma taxa constante para durar 360 minutos. A temperatura foi gradualmente aumentada para 65°C durante um período de aproximadamente 20 minutos. Quando a temperatura interna atingiu 45°C, as adições de alimentações separadas de 2.745,9g de acetato de vinila e de uma solução compreendendo 457,6g de uma mistura aproximadamente 48% ativa de N-metilol acrilamida e acrilamida, (Cylink NMA-LF da Cytec), e 196,1g de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen® EPN 287 da Clariant), em 457,6g de água desionizada, foram adicionados ao reator a uma taxa constante durante 290 minutos. A temperatura do reator foi mantida em 65°C no decorrer da reação.

Depois de completada a reação, a mistura de reação foi resfriada a 50°C e transferida para um recipiente de desgaseificação. Quando 50% haviam sido transferidos, uma solução compreendendo 3,66g de metabissulfito de sódio, 0,46g de removedor de espuma Agitan 282 e 0,09g de sulfato ferroso hepta-hidratado em 45,8g de água desionizada foi adicionada durante 5 minutos. Uma vez que o conteúdo do reator tivesse sido transferido e a pressão estivesse abaixo de 100 kPa (1 bar), uma solução compreendendo 4,58g de hidroperóxido de t-butila em 45,8g de água desionizada foi adicio-

nada, e o extrator foi mantido a 50°C durante 30 minutos. A mistura foi resfriada, e se adicionaram 14,6g de uma solução 12,5% ativa de hidróxido de amônio, e a dispersão resultante foi filtrada através de uma malha de 180 µ. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 51,1%, uma viscosidade de 336 mPa.s, um pH de 4,3, uma granulação (medida em uma malha de 40 µ) de 0,009% e uma Tg (início, por DSC) de -11,6°C.

Exemplo 2 (Preparação de uma formulação aquosa)

Preparou-se uma solução aquosa pela adição de 125,8g de uma solução aquosa a 10% de hidroxietil celulose, com uma viscosidade Brookfield a uma concentração de 5% de 100 - 180 mPa.s a 25°C, (Natrosol® 250 LR da Aqualon), e 98,1g de uma solução aquosa a 70% de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen® EPN 287 da Clariant), a 3.011g de água desionizada enquanto se agitava. 38,1g de uma solução 30% ativa de vinilsulfonato de sódio foram adicionados, seguidos por 0,19g de sal de Mohr, então, o pH foi ajustado a pH 4,4 com o uso de ácido fosfórico. Então, a solução aquosa foi carregada em um reator de pressão de 10 litros equipado com um agitador, bombas de dosagem e um medidor de fluxo de massa para a dosagem de etileno. O reator foi desagaseificado evacuando-se duas vezes, então, pressurizando-se com nitrogênio a 200 kPa (2 bar), então, finalmente evacuando-se.

O reator foi aquecido a 35°C. 686,5g de acetato de vinila foram bombeados ao reator, então, 457,7g de etileno foram dosados ao reator, seguidos por 15% de uma solução compreendendo 15,1g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada.

Quando a temperatura do reator estabilizou em 35°C, as adições de uma solução de 30,2g de persulfato de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada e do restante da solução de metabissulfito de sódio foram começadas a uma taxa constante para durar 360 minutos. A temperatura foi gradualmente aumentada para 65°C durante um período de aproximadamente 20 minutos. Quando a temperatura interna atingiu 45°C, as adições de alimentações separadas de 2.745,9g de acetato de vinila e de uma solução compreendendo 457,6g de uma mistura aproximadamente 48% ativa de

N-metilol acrilamida e acrilamida, (Cylink NMA-LF da Cytec), e 196,1g de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen EPN 287 da Clariant), em 457,6g de água desionizada, foram feitas ao reator a uma taxa constante durante 290 minutos. Quando a temperatura interna atingiu 65°C, mais 686,5g de etileno foram lentamente adicionados, mantendo a pressão a 6500 kPa (65 bar) até que todo o etileno fosse adicionado. A temperatura do reator foi mantida em 65°C no decorrer da reação.

Depois de completada a reação, a mistura de reação foi resfriada a 50°C e transferida para um recipiente de desgaseificação. Quando 50% haviam sido transferidos, uma solução compreendendo 3,66g de metabissulfito de sódio, 0,46g de removedor de espuma Agitan® 282 e 0,09g de sulfato ferroso heptaidratado em 45,8g de água desionizada foi adicionada durante 5 minutos. Uma vez que o conteúdo do reator tivesse sido transferido e a pressão estivesse abaixo de 100 kPa (1 bar), uma solução compreendendo 4,58g de hidroperóxido de t-butila em 45,8g de água desionizada foi adicionada, e o extrator foi mantido a 50°C durante 30 minutos. A mistura foi resfriada, e se adicionaram 14,6g de uma solução 12,5% ativa de hidróxido de amônio, e a dispersão resultante foi filtrada através de uma malha de 180 µ. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 50,7%, uma viscosidade de 200 mPa.s, um pH de 4,1, uma granulação (medida em uma malha de 40 µ) de 0,002% e uma Tg (início, por DSC) de -11,5°C.

Exemplo 3 (Preparação de uma formulação aquosa)

Preparou-se uma solução aquosa pela adição de 125,8g de uma solução aquosa a 10% de hidroxietil celulose, com uma viscosidade Brookfield a uma concentração de 5% de 100 - 180 mPa.s a 25°C, (Natrosol® 250 LR da Aqualon), e 98,1g de uma solução aquosa a 70% de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen® EPN 287 da Clariant), a 3.011g de água desionizada enquanto se agitava. 38,1g de uma solução 30% ativa de vinilsulfonato de sódio foram adicionados, seguidos por 0,19g de sal de Mohr, então, o pH foi ajustado a pH 4,4 com o uso de ácido fosfórico. Então, a solução aquosa foi carregada em um reator de pressão de 10 litros equipado com um agitador, bombas de dosagem e um medidor de flu-

xo de massa para a dosagem de etileno. O reator foi desagaseificado evacuando-se duas vezes, então, pressurizando-se com nitrogênio a 200 kPa (2 bar), então, finalmente evacuando-se.

O reator foi aquecido a 45°C. 686,5g de acetato de vinila foram bombeados ao reator, então, 457,7g de etileno foram dosados ao reator, seguidos por 15% de uma solução compreendendo 15,1g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada.

Quando a temperatura do reator estabilizou em 45°C, as adições de uma solução de 30,2g de persulfato de sódio dissolvidos em 274,6g de água desionizada e do restante da solução de metabissulfito de sódio foram começadas a uma taxa constante para durar 300 minutos. A temperatura foi gradualmente aumentada para 75°C durante um período de aproximadamente 20 minutos. Quando a temperatura interna atingiu 55°C as adições de alimentações separadas de 2.745,9g de acetato de vinila e de uma solução compreendendo 457,6g de uma mistura aproximadamente 48% ativa de N-metilol acrilamida e acrilamida, (Cylink NMA-LF da Cytec), e 196,1g de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen EPN 287 da Clariant), em 457,6g de água desionizada, foram feitas ao reator a uma taxa constante durante 230 minutos. Quando a temperatura interna atingiu 75°C, mais 686,5g de etileno foram lentamente adicionados, mantendo a pressão a 6500 kPa (65 bar) até que todo o etileno fosse adicionado. A temperatura do reator foi mantida em 65°C no decorrer da reação.

Depois de completada a reação, a mistura de reação foi resfriada a 50°C e transferida para um recipiente de desgaseificação. Quando 50% haviam sido transferidos, uma solução compreendendo 3,66g de metabissulfito de sódio, 0,46g de removedor de espuma Agitan 282 e 0,09g de sulfato ferroso hepta-hidratado em 45,8g de água desionizada foi adicionada durante 5 minutos. Uma vez que o conteúdo do reator tivesse sido transferido e a pressão estivesse abaixo de 100 kPa (1 bar), uma solução compreendendo 4,58g de hidroperóxido de t-butila em 45,8g de água desionizada foi adicionada, e o extrator foi mantido a 50°C durante 30 minutos. A mistura foi resfriada, e se adicionaram 14,6g de uma solução 12,5% ativa de hidróxido de

amônio, e a dispersão resultante foi filtrada através de uma malha de 180 μ . A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 51,2%, uma viscosidade de 1450 mPa.s, um pH de 4,8, uma granulação (medida em uma malha de 40 μ) de 0,007% e uma Tg (início, por DSC) de -12,6°C.

5 Exemplo 4 (Preparação de uma formulação aquosa)

O procedimento do exemplo 2 foi seguido, exceto que os 30,2g de persulfato de sódio foram substituídos por persulfato de amônio. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 50,9%, uma viscosidade de 210 mPa.s, um pH de 4,7, uma granulação (medida em uma malha de 40 μ) de 0,006% e uma Tg (início, por DSC) de -12,5°C.

10 Exemplo 5 (Preparação de uma formulação aquosa)

O procedimento do exemplo 3 foi seguido, exceto que os 30,2g de persulfato de sódio foram substituídos por persulfato de amônio. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 50,7%, uma viscosidade de 1.600 mPa.s, um pH de 4,8, uma granulação (medida em uma malha de 40 μ) de 0,004% e uma Tg (início, por DSC) de -11,5°C.

15 Exemplo Comparativo 1 (corresponde ao exemplo 3-1 da EP 2 202 251 A1)

Preparou-se uma solução aquosa pela adição de 125,8g de uma solução aquosa a 10% de hidroxietil celulose, com uma viscosidade Brookfield a uma concentração de 5% de 100 - 180 mPa.s a 25°C, (Natrosol® 250 LR da Aqualon), 282,6g de uma solução aquosa a 70% de um tensoativo não iônico de etoxilato de álcool, (Emulsogen EPN 287 da Clariant), e 30,5g de uma solução aquosa a 30% de um tensoativo aniônico de sulfonato de alcano secundário, (Hostapur SAS 30 da Clariant), a 2.984g de água desionizada enquanto se agitava. 38,1g de uma solução 30% ativa de vinilsulfonato de sódio foram adicionados, seguidos por 0,19g de sal de Mohr, então, o pH foi ajustado a pH 4,4 com o uso de ácido fosfórico. Então, a solução aquosa foi carregada em um reator de pressão de 10 litros equipado com um agitador, bombas de dosagem e um medidor de fluxo de massa para a dosagem de etileno. O reator foi desagaseificado evacuando-se duas vezes, então, pressurizando-se com nitrogênio a 200 kPa (2 bar), então, finalmente evacuando-se.

O reator foi aquecido a 35°C. 16,76% de uma mistura de monômeros compreendendo 3371,3g de acetato de vinila e 722,7g de 2-etilhexanoato de vinila foram bombeados ao reator. 480,3g de etileno foram dosados ao reator, seguidos por 10% de uma solução compreendendo 22,9g de metabissulfito de sódio dissolvidos em 274,5g de água desionizada.

Quando a temperatura do reator estabilizou em 35°C, as adições de uma solução de 30,2g de persulfato de sódio dissolvidos em 274,5g de água desionizada e do restante da solução de metabissulfito de sódio foram começadas a uma taxa constante para durar 360 minutos. A temperatura foi gradualmente aumentada para 65°C durante um período de aproximadamente 20 minutos, quando, então, as adições do restante da mistura de monômeros e de uma solução de 500,3g de uma mistura aproximadamente 48% ativa de N-metilol acrilamida e acrilamida, (Cylink NMA-LF da Cytec), em 452,9g de água desionizada foram feitas separadamente ao reator a uma taxa constante durante 300 minutos. A temperatura do reator foi mantida em 65°C no decorrer da reação.

Depois de completada a reação, a mistura de reação foi resfriada a 50°C e transferida para um recipiente de desgaseificação. Uma solução compreendendo 3,66g de metabissulfito de sódio e 0,09g de sulfato ferroso hepta-hidratado em 45,7g de água desionizada foi adicionada durante 5 minutos, seguida por uma solução compreendendo 4,57g de hidroperóxido de t-butila em 45,7g de água desionizada durante 30 minutos. A mistura foi resfriada, então, 0,32g de Agitan 282 e 14,64g de uma solução 12,5% ativa de hidróxido de amônio foram adicionados, e a dispersão resultante foi filtrada através de uma malha de 180 µ. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos de 51,2%, uma viscosidade de 200 mPa.s, um pH de 3,5, uma granulação (medida em uma malha de 40 µ) de 0,015% e uma Tg (início, por DSC) de -0,7°C.

Exemplo Comparativo 2 (corresponde ao exemplo 2-1 da EP 2 202 253 A2)

Seguiu-se um procedimento similar ao do exemplo comparativo 1, exceto que a mistura de monômeros compreendia 2.891g de acetato de vinila e 1.203g de VeoVa 10. A dispersão resultante tinha um teor de sólidos

de 50,7%, uma viscosidade de 190 mPa.s, um pH de 3,6, uma granulação (medida em uma malha de 40 μ) de 0,012% e uma Tg (início, por DSC) de -1,8°C.

A tabela 1 mostra as misturas de monômeros que foram polimerizadas nos exemplos. As quantidades mencionadas na tabela 1 estão em porcentagem em peso (% em peso), em que o peso se baseia na quantidade total de monômeros na mistura de monômeros.

Tabela 1: Misturas de monômeros polimerizados nos exemplos Preparação dos sistemas aglutinantes:

	Exemplo 1	Exemplo 2	Exemplo 3	Exemplo 4	Exemplo 5	Exemplo Comparativo 1	Exemplo Comparativo 2
VA	71,4	71,4	71,4	71,4	71,4	69,8	59,9
E	23,8	23,8	23,8	23,8	23,8	10,0	10,0
V2EH						15,0	
VeoVa 10							24,9
NMA-LF	4,57	4,57	4,57	4,57	4,57	4,97	4,97
SVS	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23

As formulações aquosas obtidas nos exemplos 1 a 5 e nos exemplos comparativos 1 e 2 foram misturadas a uma razão em peso de 1:1 com Vinamul® 6044 (comercialmente disponível na Celanese Emulsions). Vinamul® 6044 é uma formulação aquosa compreendendo um polímero que é obtido por polimerização por radicais de 96% em peso de acetato de vinila e 4% em peso N-metilolacrilamida. O teor de sólidos de Vinamul® 6044 é de 45% em peso, com base no peso total da formulação aquosa.

Com o sistema aglutinante assim obtido, gases brutas foram impregnadas em um banho para atingir 20% de adição de aglutinante e curadas durante 5 min a 170°C em um forno Mathis.

O método de teste usado para determinar a resistência à tração e o alongamento do reforço conforme entregue e depois de envelhecer foi o das Diretrizes Europeias de Aprovação Técnica (ETAG 0004) para produtos

de construção. A resistência à tração e o alongamento do reforço foram medidos nas direções de trama e de urdidura em 10 amostras de gazes, respectivamente, no estado conforme entregue e após imersão em solução alcalina (envelhecimento). As amostras mediam 50 mm por pelo menos 300
5 mm. Elas continham um mínimo de 5 filamentos na largura.

O comprimento livre da amostra entre os fixadores era de 200 mm. A força de tração foi aumentada com uma velocidade de cruzeta constante de (100 ± 5) mm/min até ocorrer a falha. A resistência em Newtons, (N), na falha e o alongamento foram registrados. Os valores médios de resis-
10 tência à tração e de alongamento foram calculados a partir desses valores individuais. O valor residual calculado a partir do valor médio da resistência à tração após envelhecimento foi comparado com o valor médio de resistência à tração no estado conforme entregue.

O teste no estado conforme entregue foi conduzido depois de
15 condicionar as amostras a $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ e $(50 \pm 5)\%$ de UR durante pelo menos 24 horas.

A amostra foi mergulhada durante 28 dias em solução alcalina a $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$. Cerca de 20 amostras (10 na direção da trama e 10 na da urdidura) foram armazenadas em 4 litros de solução alcalina. A solução era com-
20 posta da seguinte maneira: 1g de NaOH, 4g de KOH, 0,5g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em 1 litro de água destilada.

A amostra foi enxaguada por imersão durante 5 minutos em uma solução ácida (5mL de HCl (diluído a 35%) em 4 litros de água) e, então, colocada sucessivamente em 3 banhos de água (4 litros cada). As amostras
25 foram deixadas durante 5 minutos em cada banho. Elas foram subsequentemente secadas a $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ e $(50 \pm 5)\%$ de UR durante 48 horas.

Após o envelhecimento, a resistência residual tem de ser de pelo menos 50% da resistência do estado conforme entregue (= retenção) e de 200 N/cm para atender às especificações. Os espécimes de teste tinham
30 uma largura de 5 cm na direção da urdidura e de 5,5 cm na direção da trama, e os valores dados na tabela 1 foram calculados a N/1 cm. Esses resultados mostram que os sistemas aglutinantes da invenção são adequados

para produzir gases que atendam à norma ETAG 0004.

A tabela 2 mostra os sistemas aglutinantes (exemplos 1A a 5A) que foram preparados com a formulação aquosa (exemplos 1 a 5; o exemplo 1 corresponde ao sistema aglutinante 1A e assim por diante) e que mostram

5 uma excelente resistência a álcali.

Tabela 2: Resultados do envelhecimento em álcali para diferentes sistemas aglutinantes

Resistência à tração na falha	Exemplo 1A	Exemplo 2A	Exemplo 3A	Exemplo 4A	Exemplo 5A	Exemplo Comparativo 1A	Exemplo Comparativo 2A	Exigência de acordo com ETAG 0004
Direção da urdidura, sem tratamento com álcali [N/cm]	457	441	426	390	527	477	484	> 400
Direção da urdidura, após tratamento com álcali [N/cm]	398	349	339	365	346	328	317	> 200
Direção da urdidura, retenção	87%	79%	80%	94%	66%	69%	65%	> 50%
Direção da trama, sem tratamento com álcali [N/cm]	598	540	557	579	501	602	587	> 400
Direção da trama, após tratamento com álcali [N/cm]	492	493	523	408	500	400	381	> 200
Direção da trama, retenção	82%	91%	94%	70%	100%	66%	65%	> 50

REIVINDICAÇÕES

1. Produto fibroso compreendendo uma gaze de fibra de vidro e uma formulação aquosa compreendendo o polímero (A), que é obtido por: polimerização de uma mistura de monômeros compreendendo:

- 5 a) 55 a 90% em peso de acetato de vinila,
b) 5 a 40% em peso de etileno,
c) 0,5 a 10% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e
d) até 10% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que são diferentes dos monômeros a) a c),
10 mediante polimerização em emulsão de radicais livres, e
em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

2. Produto fibroso, de acordo com a reivindicação 1, em que a
15 dita mistura de monômeros compreende:
a) 60 a 85% em peso de acetato de vinila,
b) 10 a 35% em peso de etileno,
c) 1 a 8% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e
20 d) até 5% em peso, de preferência até 2,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que são diferentes dos monômeros a) a c),
em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

3. Produto fibroso, de acordo com a reivindicação 1, em que a
25 dita mistura de monômeros compreende:
a) 65 a 80% em peso de acetato de vinila,
b) 15 a 30% em peso de etileno,
c) 2 a 6% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e
30 d) até 0,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que são diferentes dos monômeros a) a c),
em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de mo-

números.

4. Produto fibroso, de acordo com a reivindicação 1, em que a dita mistura de monômeros compreende:

a) 70 a 75% em peso de acetato de vinila,

5 b) 20 a 25% em peso de etileno,

c) 3 a 6% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e

d) até 0,5% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que são diferentes dos monômeros a) a c)

10 em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros.

5. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 4, em que o polímero (A) tem uma temperatura de transição de vidro (T_g) de menos de 25°C, de preferência menos de 10°C, mais preferivelmente menos de 0°C e, de maneira particularmente preferida, variando de -20°C a -5°C.

6. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 5, em que o agente autorreticulável etilenicamente insaturado (monômero c)) é pelo menos um selecionado do grupo que consiste em ácido acrilamidoglicólico (AGA), metil éter acrilamidoglicolato de metila, N-metilolacrilamida (NMA), N-metilolmetacrilamida (NMMA), alil-N-metilolcarbamato, éter alquílico de N-metilolacrilamida, de N-metilolmetacrilamida e de alil-N-metilolcarbamato, éster de N-metilolacrilamida, de N-metilolmetacrilamida e de alil-N-metilolcarbamato.

25 7. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 6, em que o agente autorreticulável etilenicamente insaturado (monômero c)) é N-metilolacrilamida (NMA) e/ou N-metilolmetacrilamida (NMMA).

8. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 7, em que o monômero d) é um monômero etilenicamente insaturado que porta pelo menos um grupo ácido e/ou sal ácido, de preferência selecionado do grupo que consiste em ácido carboxílico, ácido sulfônico,

30

ácido fosfórico, ácido fosfônico e sais de metais alcalinos ou sais de amônio dos mesmos.

9. Produto fibroso compreendendo um sistema aglutinante, que compreende:

- 5 i) uma formulação aquosa conforme definida em pelo menos uma das reivindicações 1 a 8, e
ii) uma formulação aquosa compreendendo o polímero (B), que é um polímero com uma temperatura de transição de vidro (Tg) variando de 10 a 50°C, determinada de acordo com ASTM E 1356.

- 10 10. Produto fibroso, de acordo com a reivindicação 9, em que a razão em peso de polímero (A) para polímero (B) varia de 1:99 a 99:1, de preferência de 8:2 a 2:8, mais preferivelmente de 6:4 a 4:6 e, o mais preferivelmente, de 5,5:4,5 a 4,5:5,5.

- 15 11. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 10, em que a formulação aquosa ou o sistema aglutinante é aplicado à gaze de fibra de vidro e subsequentemente curado, de preferência termicamente curado, mais preferivelmente curado a uma temperatura acima de 110°C, ainda mais preferivelmente curado a uma temperatura acima de 140°C e, de maneira particularmente preferida, a uma temperatura
20 variando de 150 a 250°C.

12. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 11, em que a gaze de fibra de vidro compreende fios transversais e fios longitudinais que estão ligados em seus pontos de cruzamento.

- 25 13. Produto fibroso, de acordo com pelo menos uma das reivindicações 1 a 12, em que a gaze de fibra de vidro tem menos de 155.000 aberturas de malha por metro quadrado, e os fios individuais usados para formar a gaze têm um tamanho variando de 1.800 m/kg a 18.000 m/kg.

14. Uso de uma formulação aquosa compreendendo o polímero (A), que é obtido por:
30 polimerização de uma mistura de monômeros compreendendo:
a) 55 a 90% em peso de acetato de vinila,
b) 5 a 40% em peso de etileno,

c) 0,5 a 10% em peso de um agente autorreticulável etilenicamente insaturado, e

d) até 10% em peso de monômeros etilenicamente insaturados que são diferentes dos monômeros a) a c),

5 mediante polimerização em emulsão de radicais livres, e em que o peso se baseia no peso total dos monômeros na mistura de monômeros, para o revestimento de uma gaze de fibra de vidro ou para a fabricação de sistemas de acabamento isolante externo ou em um processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a álcali.

10 15. Uso de um sistema aglutinante como definido na reivindicação 9, para o revestimento de uma gaze de fibra de vidro ou para a fabricação de sistemas de acabamento isolante externo (EIFS) ou para aumentar a resistência a álcali de gases de fibra de vidro ou em um processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a álcali.

RESUMO

Patente de Invenção: **"AGLUTINANTE DE GAZE RESISTENTE A ÁLCALI À BASE DE ACETATO DE VINILA"**.

A presente invenção refere-se a uma formulação aquosa compreendendo um polímero que é à base de um copolímero de acetato de vinila, um sistema aglutinante compreendendo a dita formulação aquosa e, além disso, uma formulação aquosa compreendendo o polímero (B). A invenção também se refere a um produto fibroso compreendendo um substrato fibroso, assim como a formulação aquosa ou o sistema aglutinante, e ao uso da formulação aquosa ou do sistema aglutinante para o revestimento de fibras sintéticas ou minerais, para a fabricação de sistemas de acabamento isolante externo (EIFS), para aumentar a resistência a álcali de fibras sintéticas ou minerais, e ao uso em um processo para a fabricação de uma gaze de fibra de vidro resistente a álcali. Além disso, a invenção refere-se a um método para a fabricação da formulação aquosa.