



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

(11) PI 0719419-6 B1

(22) Data do Depósito: 19/12/2007

(45) Data de Concessão: 16/10/2018



(54) Título: SISTEMA DE SEPARAÇÃO

(51) Int.Cl.: C08G 18/12; C08G 18/28; C08G 18/40; C08G 18/42; C08G 18/48; C09J 175/04; C08G 18/62; C08J 3/00

(30) Prioridade Unionista: 19/12/2006 US 60/875,656

(73) Titular(es): DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC

(72) Inventor(es): BEDRI ERDEM

(85) Data do Início da Fase Nacional: 18/06/2009

“PROCESSO CONTÍNUO PARA PRODUZIR UMA DISPERSÃO AQUOSA DE POLIURETANO DE CONTEÚDO ULTRA-ELEVADO DE SÓLIDOS E MÉTODO PARA PRODUZIR UM ARTIGO”

Campo da invenção

[0001] A presente invenção refere-se a uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos e a um processo contínuo para produzir dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos.

Histórico da invenção

[0002] A incapacidade de produzir dispersões aquosas de poliuretano com conteúdo ultra-elevado de sólidos impede seu desempenho em muitas aplicações diferentes. Dispersões aquosas de poliuretano com baixo conteúdo de sólidos resultam em níveis inaceitáveis de contração no momento da secagem, em incapacidade de incorporar níveis elevados de cargas nos produtos finais, e requerem tempos mais longos para secar. Além disso, dispersões de poliuretano com conteúdo ultra-elevado de sólidos facilitam a diminuição dos custos de transporte e armazenamento e a redução de tempo de produção por volume unitário de materiais.

[0003] A patente U.S. nº 4.130.523 divulga látexes poliméricos aquosos produzidos por um processo no qual numa zona de reação se retira continuamente uma porção de um látex formador da zona de reação durante formação de um látex semente estável e de um látex intermediário, e o látex retirado é continuamente alimentado de volta para a zona de reação durante a formação do látex final.

[0004] A patente U.S. nº 4.456.726 divulga o método para preparar dispersões aquosas de resina sintética bimodal muito concentradas pela polimerização em emulsão de monômeros

insaturados etilenicamente, na presença de emulsificantes e iniciadores de formação de radicais livres, adicionando a um primeiro látex contendo uma primeira resina sintética dispersada e uma fase aquosa, um segundo látex contendo uma segunda resina sintética dispersada e uma fase aquosa e uma fase monomérica contendo monômero polimerizável via radicais livres, e depois polimerizando o monômero, o tamanho médio das partículas da dita primeira resina diferindo por um fator entre 2 e 15 daquele das partículas da segunda resina, o peso total das resinas e monômeros representando 100 partes em peso, e o peso total das fases aquosas representando não mais que 70 partes em peso.

[0005] A patente U.S. nº 5.340.858 divulga dispersões aquosas poliméricas finais que são obteníveis polimerizando monômeros polimerizáveis via radicais livres com a adição de uma dispersão aquosa de um polímero de partida pelo método de polimerização de emulsão aquosa via radicais livres.

[0006] A patente U.S. nº 5.340.859 divulga uma dispersão aquosa polimérica que é obtenível polimerizando monômeros pelo método de polimerização de emulsão aquosa via radicais livres com a adição de pelo menos duas dispersões de polímeros de partida, das quais uma contém não apenas partículas poliméricas finamente divididas mas também partículas poliméricas grosseiramente divididas.

[0007] A patente U.S. nº 5.350.787 divulga uma dispersão polimérica aquosa que é obtenível polimerizando pelo menos um monômero polimerizável via radicais livres pelo método de polimerização de emulsão aquosa via radicais livres com a adição de uma dispersão aquosa de um polímero de partida.

[0008] A patente U.S. nº 5.426.146 divulga uma dispersão

polimérica aquosa que é obtenível polimerizando monômeros polimerizáveis diferentes de haletos de vinila ou de vinilideno pelo método de polimerização de emulsão aquosa via radicais livres com a adição de uma dispersão aquosa de um polímero de partida tendo uma determinada distribuição de diâmetros das partículas de polímero de partida presentes na mesma pelo processo de adição em corrente.

[0009] A patente U.S. nº 5.496.882 divulga uma dispersão polimérica aquosa que é obtenível polimerizando pelo menos um monômero polimerizável por radical pelo método de polimerização em emulsão aquosa via radicais livres com a adição de uma dispersão aquosa de um polímero de partida.

[0010] A patente U.S. nº 5.498.655 divulga uma dispersão polimérica aquosa que é obtenível polimerizando monômeros polimerizáveis por radicais diferentes de haletos de vinila ou de vinilideno pelo método de polimerização em emulsão aquosa via radicais livres com a adição de uma dispersão aquosa de um polímero de partida tendo uma determinada distribuição de diâmetros das partículas de polímero de partida presentes na mesma pelo processo de adição em corrente.

[0011] A patente U.S. nº 5.624.992 divulga uma dispersão polimérica aquosa que é obtenível polimerizando monômeros pelo método de polimerização em emulsão aquosa via radicais livres com a adição de pelo menos um fino e pelo menos uma dispersão aquosa de um polímero de partida grosso.

[0012] Apesar dos esforços de pesquisa para desenvolver dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, ainda há necessidade de dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, que

provejam contração reduzida no momento da secagem, facilitem carregamento de cargas adicionais, e requeiram quantidades relativamente menores de tempo para secar. Além disso, há necessidade de um processo contínuo para preparar dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, que provejam contração reduzida no momento da secagem, facilitem carregamento de cargas adicionais, e requeiram quantidades relativamente menores de tempo para secar.

Sumário da invenção

[0013] A presente invenção é uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e um processo contínuo para produzir dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui o produto de reação de: (1) um primeiro componente, sendo que o primeiro componente é um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) um segundo componente, sendo que o segundo componente é um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos, um látex semente, ou combinações dos mesmos; (3) e um extensor de cadeia. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos tem um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield. O método para produzir uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente,

a dita primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) prover uma segunda corrente, a dita segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de pré-polímero de poliuretano, uma emulsão de látex semente, ou combinações dos mesmos; (3) amalgamar continuamente a dita primeira corrente com a dita segunda corrente na presença de um extensor de cadeia; e (4) formar desse modo uma dispersão de poliuretano tendo um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

Breve descrição dos desenhos

[0014] Com o propósito de ilustrar a invenção, mostra-se nos desenhos uma forma exemplar; entenda-se, entretanto, que esta invenção não se limita aos meios e arranjos precisos mostrados.

[0015] A Figura 1 é um diagrama de blocos ilustrando um método para preparar uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos; a Figura 2 é um diagrama de blocos ilustrando um primeiro método alternativo para preparar uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos; e a Figura 3 é um diagrama de blocos ilustrando um segundo método alternativo para preparar uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos.

Descrição detalhada da invenção

[0016] A presente invenção é uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e um processo contínuo para produzir dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui o produto de reação de: (1) um primeiro componente, sendo que o primeiro componente é um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) um segundo componente, sendo que o segundo componente é um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos, um látex semente, ou combinações dos mesmos; (3) e um extensor de cadeia. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos tem um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

[0017] Quando aqui usados, os termos "poliuretano" e "poli(uréia/uretano)" podem ser usados de uma forma que permite troca ou substituição.

[0018] A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter qualquer número de polímeros; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender pelo menos dois polímeros diferentes. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode, por exemplo, compreender um primeiro polímero e um segundo polímero. O primeiro polímero pode, por exemplo, ser um primeiro poliuretano, e o segundo polímero

pode ser um segundo poliuretano, uma poliolefina, um poliacrilato, combinações dos mesmos, ou similares. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender de 5 a 95 por cento em peso do primeiro polímero, e de 5 a 95 por cento em peso do segundo polímero, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. Todos os valores e subfaixas de 5 a 95 por cento em peso aqui estão incluídos e divulgados; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender de 5 a 45 por cento em peso do primeiro polímero, e de 55 a 95 por cento em peso do segundo polímero, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos.

[0019] A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender pelo menos 60 por cento em peso de conteúdo de sólidos, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. Todos os valores e subfaixas de pelo menos 60 por cento em peso de conteúdo de sólidos, aqui estão incluídos e divulgados; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender pelo menos 65 por cento em peso de conteúdo de sólidos, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos; ou na alternativa, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender pelo menos 70 por cento em peso de conteúdo de sólidos, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-

elevado de sólidos pode, por exemplo, compreender pelo menos dois diâmetros de tamanho médio de partícula volumétrico; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode, por exemplo, compreender um primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico, e um segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico. Quando aqui usado, diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico refere-se a:

$$D_v = \left[\frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i} \right]^{1/3}$$

onde D_v é o diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico, n_i é o número de partículas de diâmetro d_i ; e, quando aqui usado, o índice de polidispersão ("PDI") refere-se a:

$$PDI = \frac{\left[\frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i} \right]}{\left[\frac{\sum n_i d_i}{\sum n_i} \right]}$$

[0020] Adicionalmente, dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode compreender diâmetros de tamanho médio de partícula volumétrico adicionais. O primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,05 a 5,0 microns. Todos os valores individuais e subfaixas de 0,05 a 5,0 microns estão aqui incluídos e divulgados; por exemplo, o primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,07 a 1,0 micron; ou na alternativa, o primeiro diâmetro de

tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,08 a 0,2 micron. O segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,05 a 5,0 microns. Todos os valores individuais e subfaixas de 0,05 a 5,0 microns estão aqui incluídos e divulgados; por exemplo, o segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,07 a 1,0 micron; ou na alternativa, o segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico pode estar na faixa de 0,08 a 0,2 micron. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma distribuição de tamanho de partícula bimodal ou multimodal. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter quaisquer distribuições de tamanhos de partículas; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma distribuição de tamanho de partícula na faixa de 1:2 a 1:20 baseada no volume porcentual de primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico para o segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico. Todos os valores individuais e subfaixas de 1:2 a 1:20 aqui estão incluídos e divulgados; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma distribuição de tamanho de partícula na faixa de 1:2 a 1:10 baseada no volume porcentual de primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico para o segundo diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico; ou na alternativa, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma distribuição de tamanho de partícula na faixa de 1:3 a 1:5 baseada no volume porcentual de primeiro diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico para o segundo diâmetro de

tamanho médio de partícula volumétrico. O diâmetro de tamanho médio de partícula volumétrico e a distribuição de tamanho de partícula são fatores importantes para a presente invenção porque estes fatores facilitam a produção das dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inventivas mantendo simultaneamente viscosidades menores. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter um índice de polidispersão (M_w/M_z) na faixa de menos que 5. Todos os valores individuais e subfaixas na faixa de menos que 5 aqui estão incluídos e divulgados; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter um índice de polidispersão (M_w/M_z) na faixa de menos que 3; ou na alternativa, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter um índice de polidispersão (M_w/M_z) na faixa de menos que 2. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma viscosidade de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield. Todos os valores individuais e subfaixas na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield aqui estão incluídos e divulgados; por exemplo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma viscosidade na faixa de menos que 4000 mPa.s (4000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield; ou na alternativa, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos pode ter uma viscosidade na faixa de menos que 3500 mPa.s (3500 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

[0021] O primeiro componente pode ser um primeiro pré-

polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano.

[0022] Quando aqui usado, o termo "primeiro pré-polímero de poliuretano" refere-se a uma corrente contendo um primeiro pré-polímero de poliuretano. O primeiro pré-polímero de poliuretano não contém substancialmente nenhum solvente orgânico e tem, também, pelo menos dois grupos isocianato por uma molécula. Quando aqui usado, tal primeiro pré-polímero de uretano refere-se ainda a um pré-polímero de poliuretano no qual o conteúdo do solvente orgânico no pré-polímero de poliuretano é de 10 por cento em peso ou menos baseado no peso total do primeiro pré-polímero de poliuretano. Para eliminar a etapa de remover o solvente orgânico, o conteúdo do solvente orgânico pode, por exemplo, ser de 5 por cento em peso ou menos baseado no peso total do primeiro pré-polímero de poliuretano; ou na alternativa, o conteúdo do solvente orgânico pode ser de 1 por cento em peso ou menos baseado no peso total do primeiro pré-polímero de poliuretano; ou noutra alternativa, o conteúdo do solvente orgânico pode ser de 0,1 por cento em peso ou menos baseado no peso total do primeiro pré-polímero de poliuretano.

[0023] O peso molecular médio numérico do primeiro pré-polímero de poliuretano na presente invenção pode, por exemplo, estar dentro dos limites da faixa de 1.000 a 200.000. Todos os valores individuais e subfaixas de 1.000 a 200.000 estão aqui incluídos e divulgados; por exemplo, o primeiro pré-polímero de poliuretano na presente invenção pode ter um peso molecular médio numérico na faixa de 2.000 a cerca de 20.000. O pré-polímero de poliuretano pode incluir ainda pequenas quantidades de isocianatos monoméricos.

[0024] O primeiro pré-polímero de poliuretano usado na presente invenção pode ser produzido por quaisquer processos conhecidos convencionalmente, por exemplo, processo em solução, processo de matéria fundida quente, ou processo de mistura de pré-polímero. Além disso, o primeiro pré-polímero de poliuretano pode, por exemplo, ser produzido via um processo consistindo de reagir um composto poliisocianato com um composto contendo hidrogênio ativo e exemplos do mesmo incluem (1) um processo consistindo de reagir um composto poliisocianato com um composto poliol sem usar um solvente orgânico, e (2) um processo consistindo de reagir um composto poliisocianato com um composto poliol num solvente orgânico, seguido por remoção do solvente.

[0025] Por exemplo, o composto poliisocianato pode reagir com o composto contendo hidrogênio ativo numa temperatura na faixa de 20°C a 120°C; ou na alternativa, na faixa de 30°C a 100°C, numa razão equivalente de um grupo isocianato para um grupo hidrogênio ativo de, por exemplo, 1,1:1 a 3:1; ou na alternativa, de 1,2:1 a 2:1. Na alternativa, o pré-polímero pode ser preparado com um quantidade em excesso de polióis facilitando assim a produção de polímeros com hidroxila terminal.

[0026] Por exemplo, um excesso de grupo isocianato pode opcionalmente reagir com aminossilano, convertendo assim o grupo terminal num grupo reativo diferente de grupo isocianato, tal como um grupo alcoxi-silila.

[0027] O primeiro pré-polímero de poliuretano pode incluir ainda monômeros acrílicos, estirênicos ou vinílicos polimerizáveis com um diluente, que podem depois ser polimerizados por polimerização via radicais livres através

de um iniciador.

[0028] Exemplos do composto poliisocianato incluem diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, diisocianato de m-fenileno, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de 4,4'-difenil-metano, diisocianato de 2,4'-difenil-metano, diisocianato de 2,2'-difenil-metano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dicloro-4,4'-bifenileno, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 1,5-tetraidronaftaleno, diisocianato de tetrametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de dodecametileno, diisocianato de trimetil-hexametileno, isocianato de 1,3- e 1,4-bis(metil isocianato), diisocianato de xilileno, diisocianato de tetrametil-xilileno, diisocianato de xilileno hidrogenado, diisocianato de lisina, diisocianato de isoforona, diisocianato de 4,4'-diciclohexil-metano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-diciclohexil-metano, isômeros dos mesmos, e/ou combinações dos mesmos.

[0029] O composto contendo hidrogênio ativo usado para produzir o primeiro pré-polímero de poliuretano usado na presente invenção inclui, mas não se limita a, por exemplo, um composto tendo peso molecular comparativamente elevado (doravante referido como um primeiro composto de alto peso molecular) e um composto tendo peso molecular comparativamente baixo (doravante referido como um primeiro composto de baixo peso molecular).

[0030] O peso molecular médio numérico do primeiro composto de alto peso molecular pode, por exemplo, estar dentro dos limites de uma faixa de 300 a 20.000; ou na

alternativa, dentro dos limites de uma faixa de 500 a 5.000. O peso molecular médio numérico do primeiro composto de baixo peso molecular pode, por exemplo, ser menor que 300. Estes compostos contendo hidrogênio ativo podem ser usados sozinhos, ou duas ou mais espécies deles podem ser usadas em combinação.

[0031] Entre estes compostos contendo hidrogênio ativo, exemplos do primeiro composto de alto peso molecular incluem, mas não se limitam a, poliésteres polióis alifáticos e aromáticos, quaisquer poliésteres/poliéteres polióis híbridos, poliéteres polióis baseados em PTMEG; poliéteres polióis baseados em óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno e misturas dos mesmos; policarbonatos polióis; poliacetais polióis; poliacrilatos polióis; poliesteramidas polióis; politioéteres polióis; poliolefinas polióis tais como polibutadienos polióis insaturados.

[0032] Pode ser usado, por exemplo, como o poliéster poliol, poliéter poliol, obtido pela reação de policondensação de um glicol e um ácido.

[0033] Exemplos do glicol que podem ser usados para obter o poliéster poliol incluem, mas não se limitam a, etileno glicol, propileno glicol, 1,2-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, tetraetileno glicol, poli(glicol etilênico), dipropileno glicol, tripropileno glicol, bis-hidroxi-etoxi-benzeno, 1,4-ciclo-hexanodiol, 1,4-ciclo-hexano-dimetanol, bisfenol A, mistura de 1,3- e 1,4-ciclo-hexano-dimetanol (UNOXOL™-diol), bisfenol A hidrogenado, hidroquinona, e adutos de óxido de alquilenos dos mesmos.

[0034] Exemplos do ácido que podem ser usados para obter o poliéster poliol incluem, mas não se limitam a, ácido succínico, ácido adípico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido dodecano-dicarboxílico, anidrido maleico, ácido fumárico, ácido 1,3-ciclopentano-dicarboxílico, ácido 1,4-ciclo-hexano-dicarboxílico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 1,4-naftaleno-dicarboxílico, ácido 2,5-naftaleno-dicarboxílico, ácido 2,6-naftaleno-dicarboxílico, ácido naftálico, ácido bifenil-dicarboxílico, ácido 1,2-bis(fenoxi)etano-p,p'-dicarboxílico, e anidridos ou derivados formadores de ésteres destes ácidos dicarboxílicos; e ácido p-hidroxibenzóico, ácido p-(2-hidroxietoxi)benzóico e derivados formadores de ésteres destes ácidos hidroxicarboxílicos.

[0035] Igualmente, pode ser usado um poliéster obtido pela reação de polimerização por abertura de anel de um composto éster cíclico tal como ϵ -caprolactona, e co-poliésteres do mesmo.

[0036] Os poliésteres polióis também podem ser produzidos por transesterificação dos dióis e trióis acima mencionados com metil ésteres de ácidos graxos contendo grupo hidroxil.

[0037] Exemplos do poliéster poliol incluem, mas não se limitam a, compostos obtidos pela reação de poliadição de uma ou mais espécies de compostos tendo pelo menos dois átomos de hidrogênio ativo tais como etileno glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, propileno glicol, trimetileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, glicerina, trimetilol etano, trimetilol propano, sorbitol, sacarose, etilenodiamina, dietileno triamina, triisopropanolamina, pirogalol, ácido di-hidroxil benzóico,

ácido hidroxiftálico, e 1,2,3-propanotritiol com uma ou mais espécies dentre óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno, epicloridrina, e tetraidrofurano.

[0038] Exemplos do policarbonato polioliol incluem, mas não se limitam aos compostos obtidos pela reação de glicóis tais como 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, e dietileno glicol, com carbonato de difenila e fosgênio.

[0039] Entre os compostos contendo hidrogênio ativo, o primeiro composto de baixo peso molecular é um composto que tem pelo menos dois hidrogênios ativos por uma molécula e tem um peso molecular médio numérico de menos que 300, e exemplos do mesmo incluem, mas não se limitam a, componentes glicóis usados como matérias-primas do poliéster polioliol; compostos poliídrolícos tais como glicerina, trimetilol etano, trimetilol propano, sorbitol, e pentaeritritol; e compostos aminas tais como etilenodiamina, 1,6-hexametileno diamina, piperazina, 2,5-dimetil piperazina, isoforona diamina, 4,4'-díciclo-hexil metano diamina, 3,3'-dimetil-4,4'-díciclo-hexil metano diamina, 1,4-ciclo-hexano diamina, 1,2-propanodiamina, hidrazina, dietileno triamina, e trietileno tetra-amina.

[0040] O primeiro pré-polímero de uretano pode incluir ainda um grupo hidrofílico. Quando aqui usado, o termo "grupo hidrofílico" refere-se a um grupo hidrofílico aniônico (por exemplo, grupo carboxila, grupo ácido sulfônico, ou grupo ácido fosfórico), ou um grupo hidrofílico catiônico (por exemplo, grupo amino terciário, ou grupo amino quaternário), ou um grupo hidrofílico não iônico (por exemplo, um grupo composto de uma unidade de repetição de óxido de etileno, ou um grupo composto de uma unidade de repetição de óxido de

etileno e uma unidade de repetição de outro óxido de alquilenos).

[0041] Dentre os grupos hidrofílicos, pode ser, por exemplo, preferido um grupo hidrofílico não iônico tendo uma unidade de repetição de óxido de etileno porque a emulsão de poliuretano finalmente obtida tem excelente compatibilidade com outras espécies de emulsões. A introdução de um grupo carboxila e/ou de um grupo ácido sulfônico é eficaz para preparar o tamanho de partícula mais fino.

[0042] O grupo iônico refere-se a um grupo funcional capaz de servir como um grupo iônico hidrofílico que contribua para autodispersão em água por neutralização, provendo estabilidade coloidal durante o processamento contra aglomeração; estabilidade durante transporte, armazenamento e formulação com outros aditivos. Estes grupos hidrofílicos também podem introduzir propriedades específicas de aplicação tal como aderência.

[0043] Quando o grupo iônico é um grupo aniônico, o neutralizador usado na neutralização inclui, por exemplo, bases não voláteis tais como hidróxido de sódio e hidróxido de potássio; e podem ser usadas bases voláteis tais como aminas terciárias (por exemplo, trimetilamina, trietilamina, dimetil etanolamina, metil dietanolamina, e trietanolamina) e amônia.

[0044] Quando o grupo iônico é um grupo catiônico, o neutralizador utilizável inclui, por exemplo, ácidos inorgânicos tais como ácido clorídrico, ácido sulfúrico, e ácido nítrico; e ácidos orgânicos tais como ácido fórmico e ácido acético.

[0045] A neutralização pode ser executada antes, durante

ou após a polimerização do composto tendo um grupo iônico. Alternativamente, a neutralização pode ser executada durante ou após a reação de polimerização de poliuretano.

[0046] Para introduzir um grupo hidrofílico no primeiro pré-polímero de poliuretano, pode-se usar como um composto contendo hidrogênio ativo, um composto que tenha pelo menos um átomo de hidrogênio ativo por uma molécula e tenha também o grupo hidrofílico acima. Exemplos do composto que tenha pelo menos um átomo de hidrogênio ativo por uma molécula e tenha também o grupo hidrofílico acima, incluem: (1) compostos contendo grupo ácido sulfônico tais como ácido 2-oxietano sulfônico, ácido fenol sulfônico, ácido sulfobenzóico, ácido 5-sulfo-isoftálico, ácido sulfanílico, ácido 1,3-fenilenodiamina-4,6-di-sulfônico, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; (2) compostos contendo ácido carboxílico tais como ácido 2,2-dimetilol propiônico, ácido 2,2-dimetilol butírico, ácido dioximaleico, ácido 2,6-dioxibenzóico, e ácido 3,4-diaminobenzóico, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; compostos contendo grupo amino terciário tais como metil dietanolamina, butil dietanolamina, e alquil diisopropanolamina, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; (3) produtos de reação dos compostos contendo grupo amino terciário acima, ou derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos, com agentes quaternizadores tais como cloreto de metila, brometo de metila, ácido dimetil sulfúrico, ácido dietil sulfúrico, cloreto de benzila, brometo de benzila, etilenocloridrina, etilenobromidrina, epicloridrina, e bromo butano; (4)

compostos contendo grupo não iônico tal como polioxietileno glicol ou copolímero de polioxietileno/polioxipropileno glicol, que tenha pelo menos 30 por cento em peso de uma unidade de repetição de óxido de etileno e pelo menos um hidrogênio ativo no polímero e tenha também um peso molecular de 300 a 20.000, copolímero de polioxietileno/polioxibutileno glicol, copolímero de polioxietileno/polioxialquileno glicol, e monoalquil éter dos mesmos, ou poliésteres/poliéteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; e (5) combinações dos mesmos.

[0047] O segundo componente pode ser selecionado do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos, um látex-mente, e combinações dos mesmos.

[0048] Quando usado aqui, o termo "segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano" refere-se a um corrente contendo um segundo pré-polímero de poliuretano. O segundo pré-polímero de poliuretano não contém substancialmente nenhum solvente orgânico e tem também pelo menos dois grupos isocianato por uma molécula. Quando usado aqui, tal segundo pré-polímero de poliuretano refere-se ainda a um pré-polímero de poliuretano no qual o conteúdo do solvente orgânico no pré-polímero de poliuretano é de 10% em peso ou menos baseado no peso total do segundo pré-polímero de poliuretano. Para eliminar a etapa de remover o solvente orgânico, o conteúdo do solvente orgânico pode, por exemplo, ser de 5 por cento em peso ou menos baseado no peso total do segundo pré-polímero de poliuretano; ou na alternativa, o conteúdo do solvente orgânico pode ser de 1 por cento em peso ou menos baseado no

peso total do segundo pré-polímero de poliuretano; ou noutra alternativa, o conteúdo do solvente orgânico pode ser de 0,1 por cento em peso ou menos baseado no peso total do segundo pré-polímero de poliuretano.

[0049] O peso molecular médio numérico do segundo pré-polímero de poliuretano usado na presente invenção pode, por exemplo, estar dentro dos limites da faixa de 1.000 a 200.000. Aqui se incluem e se divulgam todos os valores individuais e subfaixas de 1.000 a 200.000; por exemplo, o segundo pré-polímero de poliuretano pode ter um peso molecular médio numérico na faixa de 2.000 a cerca de 20.000. O pré-polímero de poliuretano pode incluir ainda pequenas quantidades de isocianatos monoméricos.

[0050] O segundo pré-polímero de poliuretano usado na presente invenção pode ser produzido por quaisquer processos conhecidos convencionalmente, por exemplo, processo em solução, processo hot melt, ou processo de misturação de pré-polímero. Além disso, o segundo pré-polímero de uretano pode, por exemplo, ser produzido via um processo de reagir um composto poliisocianato com um composto contendo hidrogênio ativo e exemplos do mesmo incluem (1) um processo de reagir um composto poliisocianato com um composto poliol sem usar um solvente orgânico, e (2) um processo de reagir um composto poliisocianato com um composto poliol num solvente orgânico, seguido por remoção do solvente. O pré-polímero final pode terminar por NCO ou OH.

[0051] Por exemplo, o composto poliisocianato pode reagir com um composto contendo hidrogênio ativo numa temperatura na faixa de 20°C a 120°C; ou na alternativa, na faixa de 30°C a 100°C, numa razão equivalente de um grupo isocianato para um

grupo hidrogênio ativo de, por exemplo, 1,1:1 a 3:1; ou na alternativa, de 1,2:1 a 2:1. Na alternativa, o pré-polímero pode ser preparado com uma quantidade em excesso de polióis facilitando assim a produção de polímeros com terminais hidroxila.

[0052] Por exemplo, opcionalmente, um grupo isocianato em excesso pode reagir com aminossilano, convertendo assim o grupo terminal num grupo reativo outro que não grupo isocianato, tal como um grupo alcoxi-silila.

[0053] O segundo pré-polímero de poliuretano pode incluir ainda monômeros acrílicos, estirênicos ou vinílicos polimerizáveis com um diluente, que podem ser polimerizados por polimerização via radicais livres através de um iniciador.

[0054] Exemplos do composto poliisocianato incluem diisocianato de 2,4-tolileno, diisocianato de 2,6-tolileno, diisocianato de m-fenileno, diisocianato de p-fenileno, diisocianato de 4,4'-difenil-metano, diisocianato de 2,4'-difenil-metano, diisocianato de 2,2'-difenil-metano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dimetoxi-4,4'-bifenileno, diisocianato de 3,3'-dicloro-4,4'-bifenileno, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 1,5-tetraidronaftaleno, diisocianato de tetrametileno, diisocianato de 1,6-hexametileno, diisocianato de dodecametileno, diisocianato de trimetil-hexametileno, isocianato de 1,3- e 1,4-bis(metil isocianato), diisocianato de xilileno, diisocianato de tetrametil-xilileno, diisocianato de xilileno hidrogenado, diisocianato de lisina, diisocianato de isoforona, diisocianato de 4,4'-díciclohexil-metano, diisocianato de 3,3'-dimetil-4,4'-díciclo-

hexil-metano, isômeros dos mesmos, e/ou combinações dos mesmos.

[0055] O composto contendo hidrogênio ativo usado para produzir o segundo pré-polímero de poliuretano usado na presente invenção inclui, mas não se limita a, por exemplo, um composto tendo peso molecular comparativamente elevado (doravante referido como um segundo composto de alto peso molecular) e um composto tendo peso molecular comparativamente baixo (doravante referido como um segundo composto de baixo peso molecular).

[0056] O peso molecular médio numérico do segundo composto de alto peso molecular pode, por exemplo, estar dentro dos limites de uma faixa de 300 a 20.000; ou na alternativa, dentro dos limites de uma faixa de 500 a 5.000. O peso molecular médio numérico do segundo composto de baixo peso molecular pode, por exemplo, ser menor que 300. Estes compostos contendo hidrogênio ativo podem ser usados sozinhos, ou podem ser usadas duas ou mais espécies deles em combinação.

[0057] Entre estes compostos contendo hidrogênio ativo, exemplos do segundo composto de alto peso molecular incluem, mas não se limitam a, poliésteres polióis alifáticos e aromáticos incluindo poliésteres polióis baseados em caprolactona, quaisquer poliésteres/poliéteres polióis híbridos, poliéteres polióis baseados em PTMEG; poliéteres polióis baseados em óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno e misturas dos mesmos; policarbonatos polióis; poliacetais polióis; poliacrilatos polióis; poliesteramidas polióis; politioéteres polióis; poliolefinas polióis tais como polibutadienos polióis saturados ou

insaturados.

[0058] Pode ser usado, por exemplo, o poliéster poliol, poliéter poliol, obtido pela reação de policondensação de um glicol e um ácido.

[0059] Exemplos do glicol que podem ser usados para obter o poliéster poliol incluem, mas não se limitam a, etileno glicol, propileno glicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, tetraetileno glicol, poli(glicol etilênico), dipropileno glicol, tripropileno glicol, bis-hidroxi-etoxi-benzeno, 1,4-ciclo-hexanodiol, 1,4-ciclo-hexano-dimetanol, bisfenol A, mistura de 1,3- e 1,4-ciclo-hexano-dimetanol (UNOXOL™-diol), bisfenol A hidrogenado, hidroquinona, e adutos de óxido de alquilenos dos mesmos.

[0060] Exemplos do ácido que podem ser usados para obter o poliéster poliol incluem, mas não se limitam a, ácido succínico, ácido adípico, ácido azeláico, ácido sebácico, ácido dodecano-dicarboxílico, anidrido maleico, ácido fumárico, ácido 1,3-ciclopentano-dicarboxílico, ácido 1,4-ciclo-hexano-dicarboxílico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 1,4-naftaleno-dicarboxílico, ácido 2,5-naftaleno-dicarboxílico, ácido 2,6-naftaleno-dicarboxílico, ácido naftálico, ácido bifenil-dicarboxílico, ácido 1,2-bis(fenoxi)etano-p,p'-dicarboxílico, e anidridos ou derivados formadores de ésteres destes ácidos dicarboxílicos; e ácido p-hidroxibenzóico, ácido p-(2-hidroxietoxi)benzóico e derivados formadores de ésteres destes ácidos hidroxicarboxílicos.

[0061] Igualmente, pode ser usado um poliéster obtido pela

reação de polimerização por abertura de anel de um composto éster cíclico tal como ϵ -caprolactona, e co-poliésteres do mesmo.

[0062] Os poliésteres polióis também podem ser produzidos por transesterificação dos dióis e trióis acima mencionados com metil ésteres de ácidos graxos contendo grupo hidroxí.

[0063] Exemplos do poliéter poliál incluem, mas não se limitam a compostos obtidos pela reação de poliadição de uma ou mais espécies de compostos tendo pelo menos dois átomos de hidrogênio ativo tais como etileno glicol, dietileno glicol, trietileno glicol, propileno glicol, trimetileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, glicerina, trimetilol etano, trimetilol propano, sorbitol, sacarose, etilenodiamina, dietileno triamina, triisopropanolamina, pirogalol, ácido di-hidroxí benzóico, ácido hidroxiftálico, e 1,2,3-propanotritiol com uma ou mais espécies dentre óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, óxido de estireno, epicloridrina, e tetraidrofurano.

[0064] Exemplos do policarbonato poliál incluem, mas não se limitam aos compostos obtidos pela reação de glicóis tais como 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, e dietileno glicol, com carbonato de difenila e fosgênio.

[0065] Entre os compostos contendo hidrogênio ativo, o segundo composto de baixo peso molecular é um composto que tem pelo menos dois hidrogênios ativos por uma molécula e tem um peso molecular médio numérico de menos que 300, e exemplos do mesmo incluem, mas não se limitam a, componentes glicóis usados como matérias-primas do poliéster poliál; compostos poliídrolícos tais como glicerina, trimetilol etano,

trimetilol propano, sorbitol, e pentaeritritol; e compostos aminas tais como etilenodiamina, 1,6-hexametileno diamina, piperazina, 2,5-dimetil piperazina, isoforona diamina, 4,4'-diciclo-hexil metano diamina, 3,3'-dimetil-4,4'-diciclo-hexil metano diamina, 1,4-ciclo-hexano diamina, 1,2-propanodiamina, hidrazina, dietileno triamina, e trietileno tetra-amina.

[0066] O segundo pré-polímero de uretano pode incluir ainda um grupo hidrofílico. Quando aqui usado, o termo "grupo hidrofílico" refere-se a um grupo hidrofílico aniônico (por exemplo, grupo carboxila, grupo ácido sulfônico, ou grupo ácido fosfórico), ou um grupo hidrofílico catiônico (por exemplo, grupo amino terciário, ou grupo amino quaternário), ou um grupo hidrofílico não iônico (por exemplo, um grupo composto de uma unidade de repetição de óxido de etileno, ou um grupo composto de uma unidade de repetição de óxido de etileno e uma unidade de repetição de outro óxido de alquilenos).

[0067] Dentre os grupos hidrofílicos, pode ser, por exemplo, preferido um grupo hidrofílico não iônico tendo uma unidade de repetição de óxido de etileno porque a emulsão de poliuretano finalmente obtida tem excelente compatibilidade com outras espécies de emulsões. A introdução de um grupo carboxila e/ou de um grupo ácido sulfônico é eficaz para preparar o tamanho de partícula mais fino.

[0068] O grupo iônico refere-se a um grupo funcional capaz de servir como um grupo iônico hidrofílico que contribua para autodispersão em água por neutralização, provendo estabilidade coloidal durante o processamento contra aglomeração; estabilidade durante transporte, armazenamento e formulação com outros aditivos. Estes grupos hidrofílicos

também podem introduzir propriedades específicas de aplicação tal como aderência.

[0069] Quando o grupo iônico é um grupo aniônico, o neutralizador usado na neutralização inclui, por exemplo, bases não voláteis tais como hidróxido de sódio e hidróxido de potássio; podem ser usadas bases voláteis tais como aminas terciárias (por exemplo, trimetilamina, trietilamina, dimetil etanolamina, metil dietanolamina, e trietanolamina) e amônia.

[0070] Quando o grupo iônico é um grupo catiônico, o neutralizador utilizável inclui, por exemplo, ácidos inorgânicos tais como ácido clorídrico, ácido sulfúrico, e ácido nítrico; e ácidos orgânicos tais como ácido fórmico e ácido acético.

[0071] A neutralização pode ser executada antes, durante ou após a polimerização do composto tendo um grupo iônico. Alternativamente, a neutralização pode ser executada durante ou após a reação de polimerização de poliuretano.

[0072] Para introduzir um grupo hidrofílico no segundo pré-polímero de poliuretano, pode-se usar como um composto contendo hidrogênio ativo, um composto que tenha pelo menos um átomo de hidrogênio ativo por uma molécula e tenha também o grupo hidrofílico acima. Exemplos do composto que tenha pelo menos um átomo de hidrogênio ativo por uma molécula e tenha também o grupo hidrofílico acima, incluem: (1) compostos contendo grupo ácido sulfônico tais como ácido 2-oxietano sulfônico, ácido fenol sulfônico, ácido sulfobenzóico, ácido 5-sulfo-isoftálico, ácido sulfanílico, ácido 1,3-fenilenodiamina-4,6-di-sulfônico, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; (2) compostos contendo ácido carboxílico tais como

ácido 2,2-dimetilol propiônico, ácido 2,2-dimetilol butírico, ácido dioximaleico, ácido 2,6-dioxibenzóico, e ácido 3,4-diaminobenzóico, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; compostos contendo grupo amino terciário tais como metil dietanolamina, butil dietanolamina, e alquil diisopropanolamina, e derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; (3) produtos de reação dos compostos contendo grupo amino terciário acima, ou derivados dos mesmos, ou poliésteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos, com agentes quaternizadores tais como cloreto de metila, brometo de metila, ácido dimetil sulfúrico, ácido dietil sulfúrico, cloreto de benzila, brometo de benzila, etilenocloridrina, etilenobromidrina, epicloridrina, e bromo butano; (4) compostos contendo grupo não iônico tal como polioxietileno glicol ou copolímero de polioxietileno/polioxipropileno glicol, que tenha pelo menos 30% em peso de uma unidade de repetição de óxido de etileno e pelo menos um hidrogênio ativo no polímero e tenha também um peso molecular de 300 a 20.000, copolímero de polioxietileno/polioxibutileno glicol, copolímero de polioxietileno/polioxialquileno glicol, e monoalquil éter dos mesmos, ou poliésteres/poliéteres polióis obtidos copolimerizando os mesmos; e (5) combinações dos mesmos.

[0073] Quando usado aqui, o termo "dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos" refere-se a uma dispersão de poliuretano contendo menos que 60 por cento em peso de partículas de poliuretano, baseado no peso total da dispersão de poliuretano. Aqui se incluem e se divulgam todos as subfaixas e valores individuais de menos que 60 por cento

em peso; por exemplo, menos que 50 por cento em peso; ou na alternativa, menos que 40 por cento em peso. A dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula; por exemplo, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,04 a 5,0 microns. Aqui se incluem e se divulgam todos os valores individuais e subfaixas de 0,04 a 5 microns; por exemplo, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter um diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,07 a 1,0 micron; a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter um diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,08 a 2,0 microns. A dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter qualquer polidispersão; por exemplo, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 20. Aqui se incluem e se divulgam todos os valores individuais e subfaixas de 1 a 20; por exemplo, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 10; ou na alternativa, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 2.

[0074] Pode ser empregado qualquer método convencional para preparar tal dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos.

[0075] Quando aqui usado, o termo "látex-semente" refere-se a dispersões, suspensões, emulsões, ou látexes de poliolefinas tais como polietileno e polipropileno, epóxis, silício, estireno, acrilato, butadieno, isopreno, acetato de

vinila, ou copolímeros dos mesmos. Quando aqui usado, o termo "látex-semente" pode, por exemplo, referir-se ainda a emulsões de poli(acetato de vinila), poli(etileno/acetato de vinila), poliacrílico, ou poli(acrílico/butadieno); a dispersões aquosas de ionômeros de poliolefina e polietileno; ou a várias dispersões aquosas de poliuretano, poliéster, poliamida, resina epóxi, copolímeros dos mesmos, ou ligas dos mesmos. O látex-semente pode ter uma diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula; por exemplo, a dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos pode ter uma diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,05 a 5,0 microns. Aqui se incluem e se divulgam todos os valores individuais e subfaixas de 0,05 a 5 microns; por exemplo, o látex-semente pode ter um diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,07 a 1,0 micron; ou na alternativa, o látex-semente pode ter um diâmetro médio volumétrico de tamanho de partícula na faixa de 0,08 a 0,2 micron. O látex-semente pode ter uma distribuição de tamanho de partícula bimodal ou multimodal. O látex-semente pode ter qualquer polidispersão; por exemplo, o látex-semente pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 20. Aqui se incluem e se divulgam todos os valores individuais e subfaixas de 1 a 20; por exemplo, o látex-semente pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 10; ou na alternativa, o látex-semente pode ter uma polidispersão na faixa de 1 a 2. Pode-se empregar qualquer método convencional para preparar tais dispersões, suspensões, emulsões, ou látexes. Tais métodos convencionais incluem, mas não se limitam a, polimerização em emulsão, polimerização em suspensão, polimerização em micro-emulsão, em mini-emulsão, ou em

dispersão.

[0076] Quando aqui usado, o termo "tensoativo" refere-se a qualquer composto que reduz a tensão superficial quando dissolvido em água ou em soluções aquosas, ou que reduz a tensão interfacial entre dois líquidos, ou entre um líquido e um sólido. Os tensoativos úteis para preparar uma dispersão estável na prática da presente invenção podem ser tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, tensoativos zwitteriônicos, ou tensoativos não iônicos. Exemplos de tensoativos aniônicos incluem, mas não se limitam a, sulfonatos, carboxilatos, e fosfatos. Exemplos de tensoativos catiônicos incluem, mas não se limitam a, aminas quaternárias. Exemplos de tensoativos não iônicos incluem, mas não se limitam a, copolímeros em blocos contendo óxido de etileno e tensoativos de silicone, tais como álcool etoxilado, ácido graxo etoxilado, derivado de sorbitan, derivado de lanolina, nonil fenol etoxilado ou polissiloxano alcoxilado. Além disso, os tensoativos podem ser tensoativos externos ou tensoativos internos. Tensoativos externos são tensoativos que não reagem quimicamente no polímero durante a preparação da dispersão. Exemplos de tensoativos externos úteis incluem, mas não se limitam a, sais de ácido dodecil benzeno sulfônico, e sais de ácido lauril sulfônico. Tensoativos internos são tensoativos que reagem quimicamente no polímero durante a preparação da dispersão. Exemplos de tensoativos internos úteis aqui, incluem, mas não se limitam a, ácido 2,2-dimetilol propiônico e seus sais, sais de amônio quaternizados, e espécies hidrofílicas tais como poli(óxido de etileno) polióis.

[0077] Tipicamente, os pré-polímeros de poliuretano são de cadeia estendida via um extensor de cadeia. Com a presente

invenção, pode ser usado qualquer extensor de cadeia conhecido como útil para aqueles de treino habitual na técnica de preparar poliuretanos. Tipicamente, tais extensores de cadeia têm um peso molecular de 30 a 500 e têm pelo menos dois grupos contendo hidrogênio ativo. As poliaminas formam uma classe preferida de extensores de cadeia. Outros materiais, particularmente água, podem funcionar para estender comprimento de cadeia e portanto são extensores de cadeia para os propósitos da presente invenção. Particularmente, prefere-se que o extensor de cadeia seja água ou uma mistura de água e uma amina tal como, por exemplo, polipropileno glicóis aminados tais como JEFFAMINE D-400 de Huntsman Chemical Company, amino etil piperazina, 2-metil piperazina, 1,5-diamino-3-metil-pentano, isoforona diamina, etileno diamina, dietileno triamina, trietileno tetramina, trietileno pentamina, etanolamina, lisina e qualquer uma de duas formas estereoisoméricas e sais da mesma, hexanodiamina, hidrazina e piperazina. Na prática da presente invenção, o extensor de cadeia pode ser usado como uma solução de extensor de cadeia em água.

[0078] Exemplos do extensor de cadeia usado na presente invenção incluem água; diaminas tais como etilenodiamina, 1,2-propanodiamina, 1,6-hexametilenodiamina, piperazina, 2-metil piperazina, 2,5-dimetil piperazina, isoforona diamina, 4,4'-díciclo-hexil-metanodiamina, 3,3'-dimetil-4,4'-díciclo-hexil-metanodiamina, 1,2-ciclo-hexanodiamina, 1,4-ciclo-hexanodiamina, aminoetil-etanolamina, aminopropil-etanolamina, amino-hexil-etanolamina, aminoetil-propanolamina, aminopropil-propanolamina, e amino-hexil propanolamina; poliaminas tais como dietileno triamina,

dipropileno triamina, e trietileno tetramina; hidrazinas; hidrazidas de ácido. Estes extensores de cadeia podem ser usados sozinhos ou combinados.

[0079] A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado pode ser produzida via método contínuo; ou na alternativa, ela pode ser produzida via processo por bateladas.

[0080] Na produção, o método para produzir uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) prover uma segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano, uma emulsão de látex-semente, ou combinações dos mesmos; (3) amalgamar continuamente a primeira corrente com a segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia; e (4) formar, dessa maneira, uma dispersão de poliuretano tendo um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

[0081] Numa produção alternativa, o método para produzir uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou a primeira corrente de pré-polímero de

poliuretano; (2) prover uma segunda corrente, a dita segunda corrente sendo uma fase de meios; (3) amalgamar continuamente a primeira corrente com a segunda corrente opcionalmente na presença de um tensoativo numa temperatura na faixa de 10°C a 70°C, sendo que a razão da primeira corrente para a segunda corrente está na faixa de 0,1 a 0,6, e sendo que opcionalmente o tensoativo está presente numa faixa de concentração de 0,1 a 3,0 por cento, baseado no peso total da primeira corrente, da segunda corrente, e do tensoativo; (4) formar, dessa maneira, uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos tendo pelo menos um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos ditos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

[0082] Referindo-se à Figura 1, uma primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano, opcionalmente um tensoativo, e opcionalmente água, é alimentada num misturador, por exemplo um misturador OAKS ou um misturador IKA, enquanto se alimenta no misturador uma segunda corrente compreendendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano, uma emulsão de látex-semente, e/ou combinações dos mesmos. Amalgamam-se a primeira corrente e a segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia, água de diluição, e/ou combinações dos mesmos. Emulsifica-se a primeira corrente na

segunda corrente via misturação de alta taxa de cisalhamento formando assim a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção.

[0083] Referindo-se à Figura 2, uma primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano, um tensoativo, e água, é alimentada num misturador, por exemplo um misturador OAKS ou um misturador IKA, numa temperatura na faixa de 10°C a 70°C, numa razão ponderal de primeiro pré-polímero de poliuretano para água na faixa de cerca de 0,3 a 0,5. Provê-se uma taxa de cisalhamento suficiente para facilitar a formação da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção. Opcionalmente, pode-se ainda alimentar no misturador um extensor de cadeia, água de diluição, e/ou combinações dos mesmos, e amalgamar com a primeira corrente formando assim, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção.

[0084] Referindo-se à Figura 3, um primeiro pré-polímero de poliuretano, opcionalmente um tensoativo, e opcionalmente água, são alimentados num misturador, por exemplo um misturador OAKS ou um misturador IKA, formando assim uma primeira corrente que é um primeiro pré-polímero de poliuretano, ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano. Um segundo pré-polímero de poliuretano, opcionalmente um tensoativo, e opcionalmente água, são alimentados num segundo misturador, por exemplo um misturador OAKS ou um misturador IKA, formando assim uma segunda corrente que é um segundo pré-polímero de poliuretano, ou uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano. Alimenta-se a primeira corrente e a segunda corrente num terceiro

misturador, por exemplo um misturador OAKS ou um misturador IKA, e se amalgamam opcionalmente na presença de um extensor de cadeia, água de diluição, ou combinações dos mesmos, formando assim, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção.

[0085] As dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos podem ser secas num curto período de tempo em relação a outras dispersões. Além disso, as dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos podem ter uma percentagem de contração na faixa de menos que 25 por cento. Todos os valores individuais e subfaixas menores que 25 por cento aqui se incluem e se divulgam; por exemplo, as dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos podem ter uma percentagem de contração na faixa de menos que 22 por cento; ou na alternativa, as dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos podem ter uma percentagem de contração na faixa de menos que 20 por cento.

[0086] As dispersões de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos podem ser usadas numa variedade de aplicações, incluindo, mas não se limitando a, adesivos, aglomerantes, elastômeros, revestimentos, tintas, revestimentos de barreira, artigos de espuma, e/ou artigos médicos. Um artigo exemplar pode compreender a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção.

[0087] Na produção, o método para produzir um artigo inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente, a primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de

poliuretano; (2) prover uma segunda corrente, a segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano, uma emulsão de látex-semente, ou combinações dos mesmos; (3) amalgamar continuamente a primeira corrente com a segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia; (4) formar, desse modo, uma dispersão de poliuretano tendo um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield; (5) aplicar a dispersão num substrato; (6) secar parcialmente ou completamente a dispersão; e (7) formar, desse modo, o artigo.

[0088] Numa produção alternativa, o método para produzir um artigo inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente, a primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) prover uma segunda corrente, a segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano, uma emulsão de látex-semente, ou combinações dos mesmos; (3) amalgamar continuamente a primeira corrente com a segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia; (4) formar, desse modo, uma dispersão de poliuretano tendo um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos sólidos, baseado no peso

total da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade menor que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield; (5) espumar a dispersão; (6) formar, desse modo, uma espuma; (7) secar parcialmente ou totalmente a espuma; e (8) formar, desse modo, o artigo.

[0089] Num método alternativo para produzir uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos inclui as seguintes etapas: (1) prover uma primeira corrente, a primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; (2) prover uma segunda corrente, a segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano, uma emulsão de látex-semente, ou combinações dos mesmos; (3) amalgamar continuamente a primeira corrente com a segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia numa razão de 1:9 a 9:1, baseada no conteúdo de sólidos de primeira corrente para segunda corrente; (4) formar, desse modo, uma dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos tendo um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos ditos sólidos, baseado no peso total da dita dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade na faixa de menos que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

Exemplos

[0090] A presente invenção será agora explicada em

detalhes adicionais mostrando Exemplos Inventivos e Exemplos Comparativos, mas obviamente a abrangência da presente invenção não se limita a estes exemplos.

[0091] Os Exemplos Inventivos 1-8 e o Exemplo Comparativo A foram preparados de acordo com os seguintes procedimentos.

Síntese de pré-polímero de poliuretano

[0092] Misturam-se 810 gramas de TONE 2241 (um poliéster polioliol baseado em caprolactona tendo um peso molecular de 2000), 20 gramas de CARBOWAX 1000 (poli(óxido de etileno) tendo um peso molecular de 1000), 10 gramas de MPEG-950 (polietileno glicol monol tendo um peso molecular de 950) num frasco a 60°C, em condições de agitação branda. Após fundir todos os componentes acima mencionados, adicionaram-se gradualmente 160 gramas de IPDI (diisocianato de isoforona) mantendo a mistura agitada. Elevou-se a temperatura para 90°C, e agitou-se a mistura por mais 9 horas. O pré-polímero de poliuretano resultante compreendeu 2,44 por cento em peso de NCO.

Formulações de látex-semente

[0093] Empregaram-se três látexes de acrilato tendo quantidades diferentes de sólidos para preparar os exemplos inventivos da presente invenção. O primeiro látex de acrilato foi UCAR 163S compreendendo 56,2 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do látex de acrilato. O segundo látex de acrilato foi UCAR 169S compreendendo 61,3 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do látex de acrilato. O terceiro

[0094] látex de acrilato foi UCAR 9192 compreendendo 65,6 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do látex de acrilato.

Exemplo 1

[0095] Alimentaram-se 30 gramas do pré-polímero de poliuretano acima descrito num dispositivo de misturação de alto cisalhamento onde ele foi emulsificado em 100 gramas de primeiro látex de acrilato, UCAR 163S. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante compreendeu 63 por cento em peso de partículas sólidas, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 1900 mPa.s (1900 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4, e uma viscosidade de 1248 mPa.s (1248 cps) em 50 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

Exemplo 2

[0096] Alimentaram-se 40 gramas do pré-polímero de poliuretano acima descrito num dispositivo de misturação de alto cisalhamento onde ele foi emulsificado em 100 gramas de primeiro látex de acrilato, UCAR 163S. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante compreendeu 69 por cento em peso de partículas sólidas, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 1380 mPa.s (1380 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste #4, e uma viscosidade de 950 mPa.s (950 cps) em 50 rpm a 21°C usando haste (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield. A razão final de uretano para acrilato foi de 0,35.

Exemplo 3

[0097] Alimentaram-se 40 gramas do pré-polímero de poliuretano acima descrito num dispositivo de misturação de

alto cisalhamento onde ele foi emulsificado em 100 gramas de segundo látex de acrilato, UCAR 169S. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante tinha um tamanho de partícula bimodal e uma distribuição muito ampla de tamanho de partícula. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante compreendeu 73,5 por cento em peso de partículas sólidas, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 2720 mPa.s (2720 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste #4, e uma viscosidade de 1852 mPa.s (1852 cps) em 50 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield. A razão final de uretano para acrilato foi de 0,39.

Exemplo 4

[0098] Alimentaram-se 19 gramas do pré-polímero de poliuretano acima descrito num dispositivo de misturação de alto cisalhamento onde ele foi emulsificado em 100 gramas de terceiro látex de acrilato, UCAR 9192. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante tinha um tamanho de partícula bimodal e uma distribuição muito ampla de tamanho de partícula. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante compreendeu 71 por cento em peso de partículas sólidas, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 1430 mPa.s (1430 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield, e uma viscosidade de 888 mPa.s (888 cps) em 50 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield. A

razão final de uretano para acrilato foi de 0,26.

Exemplo 5

[0099] Alimentaram-se 22 gramas do pré-polímero de poliuretano acima descrito num dispositivo de misturação de alto cisalhamento onde ele foi emulsificado em 100 gramas de terceiro látex de acrilato, UCAR 9192. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante tinha um tamanho de partícula bimodal e uma distribuição muito ampla de tamanho de partícula. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos resultante compreendeu 74,5 por cento em peso de partículas sólidas, excluindo o peso de qualquer carga, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 2330 mPa.s (2330 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield, e uma viscosidade de 1512 mPa.s (1512 cps) em 50 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield. A razão final de uretano para acrilato foi de 0,28.

Exemplo 6

[0100] Alimentaram-se o pré-polímero de poliuretano acima descrito, BIOTERGE AS-40 (sal de sódio de sulfonato de alfa-olefina) como tensoativo e água num misturador numa temperatura de cerca de 52°C, numa razão de pré-polímero de poliuretano para água de 0,39. O tensoativo compreendeu 2 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do tensoativo. Proveu-se taxa de cisalhamento suficiente para facilitar a formação da dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos. A dispersão final compreendeu 64 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total da dispersão. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-

elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 3000 mPa.s (3000 cps) em 20 rpm a 28°C usando haste #3 com viscosímetro Brookfield.

Exemplo 7

[0101] Alimentaram-se um primeiro pré-polímero de poliuretano, BIOTERGE AS-40 (sal de sódio de sulfonato de alfa-olefina) como o tensoativo e água num primeiro misturador em cisalhamento suficiente formando, desse modo, uma primeira corrente. O tensoativo compreendeu 2 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do tensoativo. Alimentaram-se um segundo pré-polímero de poliuretano, BIOTERGE AS-40 (sal de sódio de sulfonato de alfa-olefina) como o tensoativo, e água num segundo misturador em cisalhamento suficiente formando, desse modo, uma segunda corrente. O tensoativo compreendeu 2 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total do tensoativo. Alimentaram-se a primeira corrente e a segunda corrente num terceiro misturador e amalgamaram-se as duas correntes, em cisalhamento suficiente para formar, desse modo, a dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos da presente invenção. A dispersão final apresentou uma distribuição bimodal de tamanho de partícula com 30 por cento das partículas tendo um diâmetro médio de tamanho de partícula volumétrico de 0,3 a 3,0 microns, e 70 por cento das partículas tendo um diâmetro médio de tamanho de partícula volumétrico de 1,5 microns. A dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos apresentou uma viscosidade de 1951 mPa.s (1951 cps) em 20 rpm a 28°C usando haste #3 com viscosímetro Brookfield.

Exemplo 8

[0102] Produziu-se uma primeira corrente de acordo com o seguinte procedimento. Preparou-se um primeiro pré-polímero de poliuretano alternativo baseado em IPDI (diisocianato de isoforona) e TONE 2241 usando 17 por cento em peso de IPDI, 80 por cento em peso de TONE 2241 (poliéster poliálcool baseado em caprolactona tendo um peso molecular de 2000), 1,5 por cento em peso de CARBOWAX 1000 (poli(óxido de etileno) tendo um peso molecular de 1000), e 1,5 por cento em peso de MPEG 950 (polietileno glicol monol tendo um peso molecular de 950), baseado no peso do primeiro pré-polímero de poliuretano a cerca de 90°C, por 8-9 horas. O pré-polímero de poliuretano resultante compreendeu 2,7 por cento em peso de NCO terminal, baseado no peso do primeiro pré-polímero de poliuretano alternativo. Este primeiro pré-polímero de poliuretano alternativo foi usado como a primeira corrente.

[0103] Produziu-se uma segunda corrente de acordo com o seguinte procedimento. Preparou-se um segundo pré-polímero de poliuretano alternativo usando 30 por cento em peso de MDI (4,4'-diisocianato de difenil-metano), 56 por cento em peso de VORANOL 9287, e 2 por cento em peso de MPEG 950. O segundo pré-polímero de poliuretano alternativo resultante compreendeu aproximadamente 6,9 por cento em peso de NCO terminal, baseado no peso do segundo pré-polímero de poliuretano alternativo. Subseqüentemente, este segundo pré-polímero de poliuretano foi emulsificado usando um processo de dispersão contínua de alto cisalhamento na presença de um tensoativo aniônico, que é dodecil benzenossulfonato de sódio, e cadeia estendida usando JEFFAMINE D230 como o extensor de cadeia. O diâmetro médio de tamanho de partícula desta dispersão de poliuretano de primeira corrente foi de

aproximadamente 0,3 micron, e compreendeu aproximadamente 56 por cento em peso de sólidos, excluindo quaisquer cargas, baseado no peso da dispersão de poliuretano de segunda corrente.

[0104] A primeira corrente e a segunda corrente foram amalgamadas num misturador em razões diferentes, emulsificando, desse modo, a primeira corrente na segunda corrente, e produzindo, assim, as dispersões de poliuretano de elevado conteúdo de sólidos A-D inventivas seguintes, mostradas na Tabela I.

Exemplo 9

[0105] Prepararam-se formulações de vedação e calafetagem usando látex acrílico base água, mostradas como formulações "a" e "b" como as formulações comparativas na Tabela II, e a dispersão de conteúdo ultra-elevado de sólidos, mostrada como as formulações inventivas c-e na Tabela II. Estas formulações de vedação/calafetagem tinham uma razão de pigmento (carbonato de cálcio) para polímero (acrilato ou(uretano e acrilato)) de 1,5. Estas calafetagens de base acrílica foram empregadas em aplicações de calafetagem, e os resultados também são mostrados na Tabela II.

Exemplo 10

[0106] Prepararam-se dispersões híbridas de poliuretano/poliolefina de elevado conteúdo de sólidos via processo contínuo de dispersão mecânica. A composição de pré-polímero compreendeu: 21 gramas de IPDI, 66,2 gramas de VORANOL 9287A (poliéter polioliol, diol de peso molecular 2000, capeado com 12,5% de óxido de etileno), 8 gramas de CARBOWAX 1000, 3 gramas de poli(óxido de etileno) monol (MEPG 950), 4 gramas de dipropileno glicol, e 8 gramas de VORANOL P 425 (poliéter

poliol, diol de peso molecular 425). A porcentagem de NCO de isocianato final foi de aproximadamente 3,4 por cento em peso.

[0107] Usou-se uma dispersão baseada em etileno/propileno (POD), obtenível de The Dow Chemical Company tendo 50,1% de conteúdo de sólidos e uma tamanho médio de partícula de cerca de 1 microm. Usou-se um tensoativo aniônico neutralizado com KOH a 75% na preparação da dispersão baseada em etileno/propileno.

[0108] Alimentaram-se 50 g do pré-polímero acima descrito em 295 g da dispersão baseada em etileno/propileno sob misturação de alto cisalhamento (3000 rpm). A dispersão final tinha baixa viscosidade (< 1000 mPa.s (1000 cps)) e nenhum resíduo ou coagulação. No segundo experimento, alimentaram-se 50 g do pré-polímero acima descrito em 186,2 g da dispersão baseada em etileno/propileno sob alto cisalhamento. A dispersão híbrida final foi ligeiramente mais espessa (< 2000 mPa.s (2000 cps)) mais ainda capaz de ser despejada e filtrável. Nestes experimentos, as razões foram 75:25 POD:PUD e 65:53 POD:PUD, respectivamente. O conteúdo de sólidos destas dispersões híbridas finais forma de 63 por cento em peso e de 65 por cento em peso, respectivamente.

Exemplo Comparativo A

[0109] Preparou-se uma dispersão de poliuretano tendo uma distribuição de tamanho de partícula monomodal e um diâmetro volumétrico de tamanho médio de partícula de 397 nm. A dispersão comparativa compreendeu 64 por cento em peso de sólidos, baseado no peso total da dispersão. Não se levou em consideração a distribuição de tamanho de partícula. A dispersão final tinha uma viscosidade muito elevada de mais

que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando haste #3 com viscosímetro Brookfield.

[0110] A presente invenção pode ser incorporada em outras formas sem se afastar do espírito e dos atributos essenciais da mesma, e portanto, deve ser feita referência às reivindicações anexas, mais que ao relatório anterior, indicando a abrangência da invenção.

Métodos de teste

Os métodos de teste incluem os seguintes:

[0111] O diâmetro médio de tamanho de partícula volumétrico e a distribuição de tamanho de partícula foram medidos via espalhamento dinâmico de luz (Coulter LS 230).

[0112] Mediu-se a viscosidade via viscosímetro de Brookfield.

[0113] Determinou-se o conteúdo de isocianato (% de NCO) usando um medidor Toledo DL58.

Tabela I

Amostra de dispersão nº	Primeira corrente (peso em gramas)	Segunda corrente (peso em gramas)	Conteúdo de sólidos da dispersão (% em peso)	Viscosidade (mPa.s em 20 rpm a 21°C usando haste #4 com viscosímetro Brookfield)
A	150	200	74,8	< 3000
B	125	200	73,0	< 3000
C	100	200	70,7	< 3000
D	20	200	60,0	< 3000

Tabela II

Formulação nº	Formulação	% de contração ($\pm 1\%$) (secagem a ~21°C e ~50% de umidade)
a	UCAR 169S	25
b	UCAR 163S	28
c	Dispersão do exemplo 1	22
d	Dispersão do exemplo 2	20
e	Dispersão do exemplo 3	17

REIVINDICAÇÕES

1. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: prover uma primeira corrente, a dita primeira corrente compreendendo um primeiro pré-polímero de poliuretano ou uma primeira emulsão de pré-polímero de poliuretano; prover uma segunda corrente, a dita segunda corrente sendo uma fase de meios selecionados do grupo consistindo de um segundo pré-polímero de poliuretano, uma segunda emulsão de pré-polímero de poliuretano, uma dispersão de poliuretano de baixo conteúdo de sólidos, um látex semente, e combinações dos mesmos; amalgamar continuamente a dita primeira corrente com a dita segunda corrente opcionalmente na presença de um extensor de cadeia ou um tensoativo; sendo que no caso da presença de um tensoativo, a temperatura está na faixa de 10°C a 70°C, a razão da dita segunda corrente para a primeira corrente está na faixa de 0,1 a 0,6, e o tensoativo está presente em uma faixa de concentração de 0,1 a 3,0 por cento baseado no peso total da dita primeira corrente, da dita segunda corrente e o dito tensoativo; formando desse modo a dita dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, sendo que a dita dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos tem pelo menos um conteúdo de sólidos de pelo menos 60 por cento em peso dos ditos sólidos, excluindo o peso de qualquer carga; baseado no peso total da dita dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, e uma viscosidade menor que 5000 mPa.s (5000 cps) em 20 rpm a 21°C usando eixo (spindle) #4 com viscosímetro Brookfield.

2. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a dita primeira corrente compreender uma primeira resina polimérica e a dita segunda corrente compreender uma segunda resina polimérica, e a dita primeira resina polimérica e a dita segunda resina polimérica terem uma razão volumétrica de tamanho médio de partícula na faixa de 1:5 a 1:2.

3. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de a dita primeira resina polimérica e a dita segunda resina polimérica terem uma razão volumétrica de tamanho médio de partícula na faixa de 1:3.

4. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a dita primeira corrente compreender uma primeira resina polimérica e a dita segunda corrente compreender uma segunda resina polimérica, e a dita dispersão de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos compreender de 20 a 40 por cento em peso da dita primeira resina polimérica tendo um tamanho de partícula na faixa de 0,04 micron a 5,0 microns, e de 60 a 80 por cento em peso da dita segunda resina polimérica tendo um tamanho de partícula na faixa de 0,05 micron a 5,0 microns, baseado no peso total da dita primeira resina polimérica e da dita segunda resina polimérica.

5. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o dito

látex semente ser selecionado do grupo consistindo de uma dispersão, emulsão, e látex de olefinas, epóxios, silício, estireno, acrilato, butadieno, isopreno, acetato de vinila, copolímeros dos mesmos, e misturas dos mesmos.

6. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o dito látex semente ser uma fase de óleo emulsificado em água.

7. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a dita primeira corrente e a dita segunda corrente são amalgamadas continuamente na presença de um tensoativo numa temperatura na faixa de 10°C a 70°C, sendo que a razão da dita segunda corrente para a primeira corrente está na faixa de 0,1 a 0,6, e sendo que o dito tensoativo está presente numa faixa de concentração de 0,1 a 3,0 por cento, baseado no peso total da dita primeira corrente, da dita segunda corrente, e do dito tensoativo.

8. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 7, caracterizado pelo fato de o dito primeiro ou segundo pré-polímero de poliuretano ser um produto de reação de pelo menos um poliisocianato e pelo menos um polioliol.

9. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de o dito poliisocianato ser aromático ou alifático.

10. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de

poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de o dito polioliol ser selecionado do grupo consistindo de poliéter, poliéster, policarbonato, polioliol de óleo de sementes naturais, e combinações dos mesmos.

11. Processo contínuo para produzir uma dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de o dito primeiro ou segundo pré-polímero de poliuretano ser iônico ou não-iônico.

12. Método para produzir um artigo usando a dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, tal como definida na reivindicação 1, sendo dito método caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: formar a dita dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos; aplicar a dispersão num substrato; secar a dispersão; e formar desse modo o artigo.

13. Método para produzir um artigo usando a dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos, tal como definida na reivindicação 1, sendo dito método caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: formar a dita dispersão aquosa de poliuretano de conteúdo ultra-elevado de sólidos; espumar a dispersão; formar desse modo uma espuma; secar a espuma; e formar desse modo o artigo.

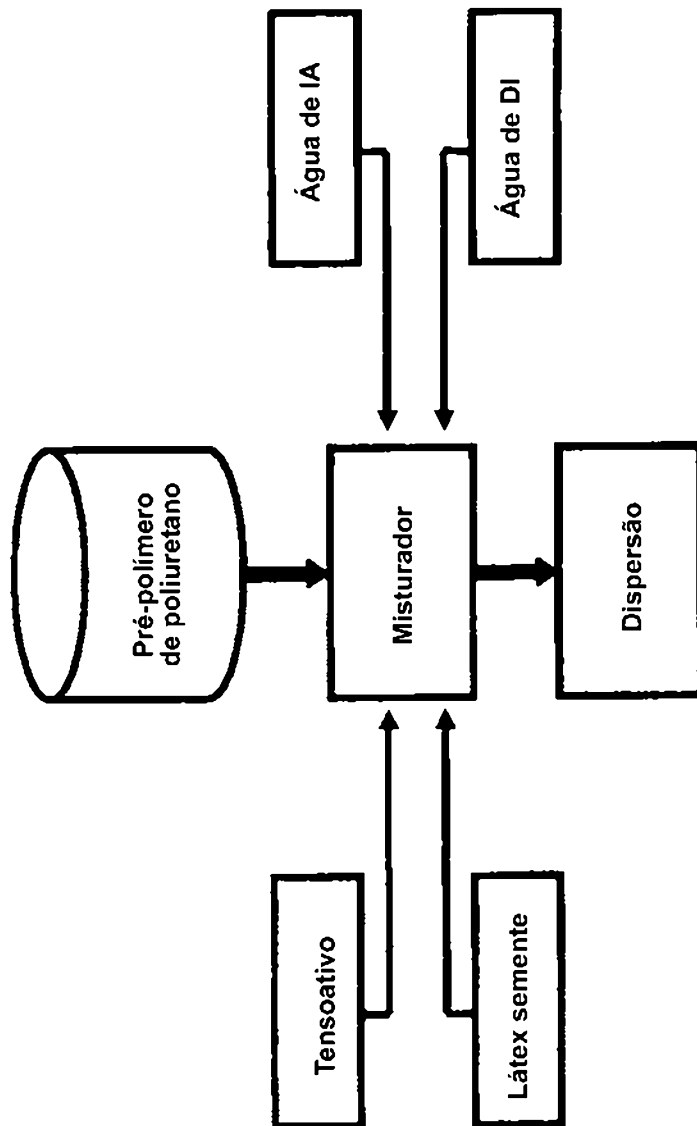


FIG.1

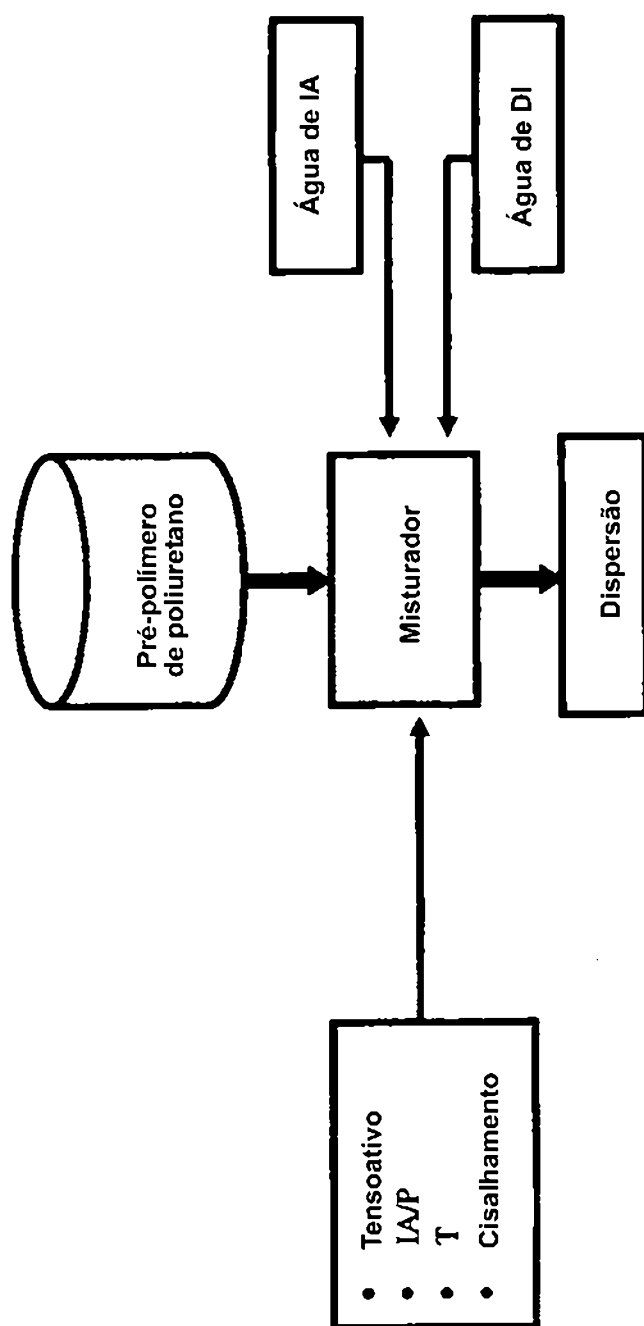


FIG.2

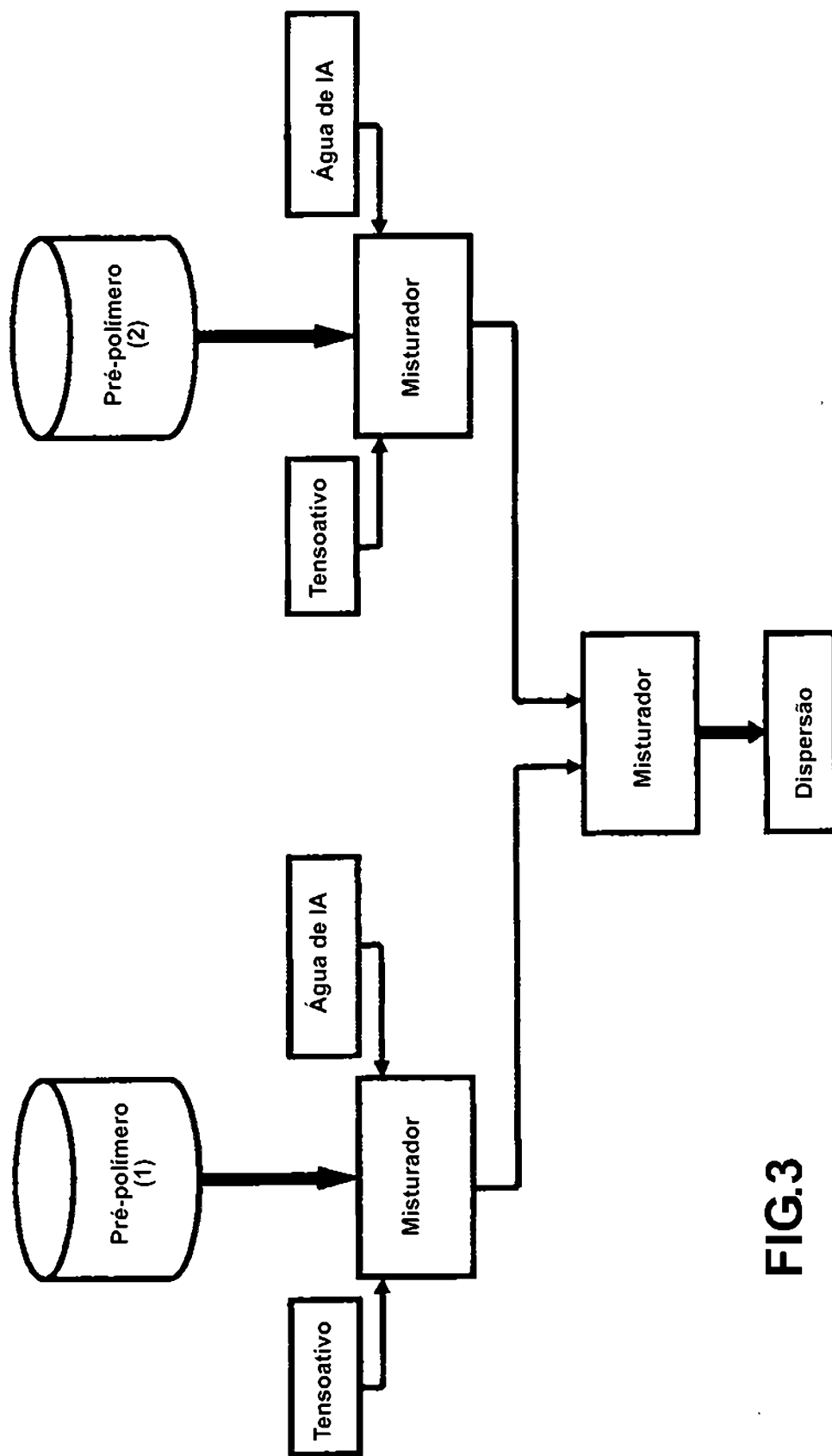


FIG.3