



INPI
INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE
INDUSTRIAL
Assinado
Digitalmente

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0819787-3

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

(21) Número do Depósito: PI 0819787-3

(22) Data do Depósito: 12/12/2008

(43) Data da Publicação do Pedido: 27/08/2009

(51) Classificação Internacional: C04B 24/26; C04B 28/14; C04B 103/22.

(30) Prioridade Unionista: FR 07 08715 de 14/12/2007.

(54) Título: UTILIZAÇÃO DE PELO MENOS UM COPOLÍMERO OU UM DE SEUS SAIS, LIGANTE HIDRÁULICO À BASE DE SULFATO DE CÁLCIO, UTILIZAÇÃO DE UM LIGANTE HIDRÁULICO E ELEMENTOS PARA O DOMÍNIO DA CONSTRUÇÃO OBTIDOS A PARTIR DE UM LIGANTE HIDRÁULICO

(73) Titular: LAFARGE, Companhia Francesa. Endereço: 61 RUE DES BELLES FEUILLES, F-75116 PARIS, FRANÇA (FR)

(72) Inventor: JEAN-MICHEL FAURE; DAVID RINALDI; HORACIO NARANJO.

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 15/01/2019, observadas as condições legais

Expedida em: 15/01/2019

Assinado digitalmente por:

Alexandre Gomes Ciano

Diretor Substituto de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

“UTILIZAÇÃO DE PELO MENOS UM COPOLÍMERO OU UM DE SEUS SAIS, LIGANTE HIDRÁULICO À BASE DE SULFATO DE CÁLCIO, UTILIZAÇÃO DE UM LIGANTE HIDRÁULICO E ELEMENTOS PARA O DOMÍNIO DA CONSTRUÇÃO OBTIDOS A PARTIR DE UM LIGANTE HIDRÁULICO”

[0001] A presente invenção tem por objeto a utilização de adjuvante em ligantes hidráulicos, em particular nos rebocos à base de gesso ou base de sulfato de cálcio anidro.

[0002] Os rebocos atuais à base de gesso contêm geralmente diversos aditivos ou adjuvantes que permitem controlar a reologia do reboco e/ou a pega do reboco. Notadamente, é interessante para os fabricantes propor rebocos prontos para uso sob forma de pasta líquida ou semi-líquida cuja hidratação do sulfato de cálcio é bloqueada por agentes bloqueadores. A vantagem deste tipo de reboco pronta para o uso é que o usuário não tem necessidade de proceder à mistura da água e o gesso (homogeneização). Este bloqueio permite ao reboco permanecer sob forma de pasta líquida ou semi-líquida e de não endurecer em sua embalagem. Também o usuário do reboco terá necessidade de desbloquear o gesso para permitir a recaptação da hidratação pela adição de um agente desbloqueador.

[0003] No entanto, de modo que o usuário possa realizar sua obra em boas condições, é necessário que o reboco continue a ser suficientemente fluido após desbloqueio para ser manejável facilmente durante toda a realização da construção.

[0004] Ora quando se utiliza um agente bloqueador, tal como polímeros de ácido acrílico, logo que o reboco for desbloqueado pelo referido agente desbloqueador, a reologia do reboco é mal controlada. Com efeito, o reboco perde gradualmente sua fluidez.

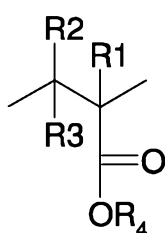
[0005] A fim de responder às exigências dos usuários, tornou-se necessário encontrar outro meio para controlar a fluidez após desbloqueio dos rebocos à base de gesso bloqueado.

[0006] Também o problema que a invenção se propõe a resolver é fornecer um novo adjuvante adaptado para fluidificar e/ou bloquear as composições de ligantes hidráulicos.

[0007] De maneira inesperada, os inventores evidenciaram que é possível utilizar copolímeros de ácido acrílico e de poli(oxi)alquileno para obter um adjuvante útil como fluidificante e/ou como agente bloqueador para os ligantes hidráulicos.

[0008] Neste objetivo a presente invenção propõe a utilização de pelo menos um copolímero ou um de seus sais tanto como agente fluidificante e/ou como agente bloqueador para ligantes hidráulicos à base de sulfato de cálcio

o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I)

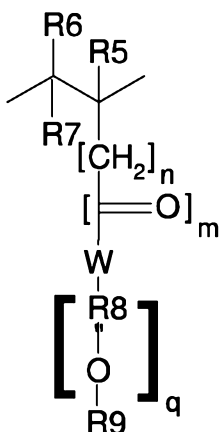


(I)

na qual R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀, ou um radical - (CH₂)_p-COOR ou uma forma ionizada desta última com p é igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila em C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



(II)

com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀ ou um radical $-(\text{CH}_2)_n-(\text{C}=\text{O})_m-\text{W}-(\text{R8-O})_q-\text{R9}$;

R8 representando um radical alquila linear ou ramificado em C₂ a C₂₀;

R9 representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido de 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido entre 0 e 200;

e cuja massa molar do copolímero é compreendida de 500 a 18000 daltons.

[0009] A invenção propõe igualmente um ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio que compreende pelo menos o referido copolímero ou um de seus sais.

[0010] Por fim, a invenção propõe elementos para o domínio da construção obtidos a partir de um ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio que compreende pelo menos o referido copolímero ou um de seus sais.

[0011] A invenção oferece vantagens determinantes, em particular o adjuvante de acordo com a invenção permite bloquear a hidratação do sulfato de cálcio durante pelo menos 3 meses, 12 meses, igualmente pelo menos 18 meses, ou mesmo 24 meses, de acordo com a quantidade de adjuvante utilizado.

[0012] A invenção oferece como outra vantagem que o adjuvante de acordo com a invenção permita por causa de sua propriedade fluidificante formular rebocos utilizando quantidades de água reduzidas em relação às quantidades classicamente utilizadas.

[0013] Outra vantagem da presente invenção é que o adjuvante de acordo com a invenção pode ser utilizado como agente fluidificante e agente bloqueador, o que evita recorrer a 2 adjuvantes diferentes para obter o mesmo resultado. O adjuvante

de acordo com a invenção pode ser qualificado de produto “2 em 1”.

[0014] Além disso, o adjuvante de acordo com a invenção apresenta como vantagem poder ser utilizado apenas como agente fluidificante.

[0015] Outra vantagem da presente invenção é que o reboco apresenta uma evolução menor de sua reologia no período pós-desbloqueio. Habitualmente, utilizando os agentes desbloqueadores clássicos, o usuário é tentado a acrescentar água à formulação para manter o reboco fluido o que diminui a resistência mecânica do produto acabado. Com efeito, a presença de água deteriora as propriedades mecânicas do material endurecido, e pode eventualmente provocar o aparecimento de fissuras.

[0016] Por fim a invenção tem por vantagem poder ser empregada em todas as indústrias, notadamente a indústria da construção, a indústria química (produtores de adjuvantes) e ao conjunto dos mercados da construção (construção, engenharia civil ou pré-fabricação), à indústria da construção de elementos de gesso ou à indústria do cimento.

[0017] Outras vantagens e características da invenção aparecerão claramente à leitura da descrição e dos exemplos dados a título meramente ilustrativos e não limitativos que irão seguir.

[0018] Pela expressão adjuvante, entende-se de acordo com a presente invenção todo composto que incorporado em uma formulação permite conferir propriedades particulares.

[0019] Pela expressão ligantes, entende-se de acordo com a presente invenção todo composto que tem a propriedade de conferir coesão para a formulação na qual ele é incorporado, e permite conferir características mecânicas à referida formulação (por exemplo resistência em compressão, tração, aderência). Este ligante é destinado a ligar elementos inertes tais como granulações.

[0020] Pela expressão ligantes hidráulicos, entende-se de acordo com a presente invenção qualquer composto que tem a propriedade de se hidratar na presença de água e cuja hidratação permite obter um sólido que tem características mecânicas. A expressão ligante hidráulico designa igualmente os ligantes hídricos.

[0021] Pela expressão pega, entende-se de acordo com a presente invenção a passagem para o estado sólido por reação química.

[0022] Pela expressão reboco, entende-se de acordo com a presente invenção uma formulação semi-líquida que após emprego vai adquirir propriedades mecânicas. A título de exemplo de reboco, pode-se citar os rebocos de fechamento, preenchimento, rejuntamento, alisamento ou de acabamento.

[0023] Pela expressão agente bloqueador, entende-se de acordo com a presente invenção todo adjuvante que permite impedir a pega de todos os ligantes hidráulicos.

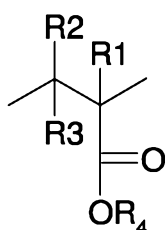
[0024] Pela expressão agente desbloqueador, entende-se de acordo com a presente invenção todo adjuvante auxiliar que permite suprimir a ação bloqueador do agente bloqueador. A título de agente desbloqueador que convém de acordo com a invenção, pode-se citar o sulfato de alumínio, o ácido sulfúrico, o ácido clorídrico, o hidrogenossulfato de sódio, o hidrogenossulfato de potássio, o sulfato de alumínio potássio, o sulfato de cálcio diidratado e suas misturas.

[0025] Pela expressão agente fluidificante, entende-se de acordo com a presente invenção todo adjuvante que permite fluidificar.

[0026] Pela expressão elementos para o domínio da construção, entende-se de acordo com a presente invenção qualquer elemento constitutivo de uma construção como, por exemplo, um piso, uma parede, uma divisória, um teto, uma viga, uma bancada, ou uma cornija.

[0027] A invenção se refere à utilização pelo menos de um copolímero ou um de seus sais tanto como agente fluidificante e/ou como agente bloqueador para ligantes hidráulicos à base de sulfato de cálcio

o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I)



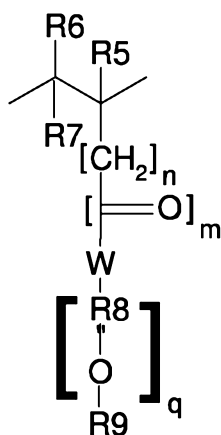
(I)

na qual

R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀, ou um radical -(CH₂)_p-COOR ou uma forma ionizada deste último com p é igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila em C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



(II)

com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀ ou um radical -(CH₂)_n (C=O)_m-W-(R8-O)_q-R9;

R8 representando um radical alquila linear ou ramificado em C₂ a C₂₀;

R9 representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido entre 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido 0 e 200;

e cuja massa molar do copolímero é compreendida entre 500 a 18000 daltons.

[0028] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R1 que representa um átomo de hidrogênio.

[0029] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R2 que representa um átomo de hidrogênio.

[0030] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R3 que representa um átomo de hidrogênio.

[0031] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R4 que representa um átomo de hidrogênio.

[0032] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R5 que representa um átomo de hidrogênio.

[0033] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R6 que representa um átomo de hidrogênio.

[0034] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R7 que representa um átomo de hidrogênio.

[0035] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um átomo W que representa um átomo de oxigênio.

[0036] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R8 que representa um radical alquil em C₂.

[0037] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um radical R9 que representa um radical alquil em C₁ ou um átomo de hidrogênio.

[0038] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais possui um número inteiro q compreendido entre 2 e 30, de preferência compreendido entre 4 a 25.

[0039] O copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais pode ser utilizado tanto como agente fluidificante e/ou como agente bloqueador.

[0040] Em particular, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais pode ser utilizado para bloquear um ligante hidráulico, notadamente os rebocos

à base de gesso.

[0041] Mais particularmente o copolímero de acordo com a invenção irá permitir formular rebocos que contêm menos água e controlar a fluidez do referido reboco após desbloqueio.

[0042] Ainda mais particularmente, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais convém muito particularmente para bloquear e para controlar a fluidez dos rebocos à base de gesso precedentemente bloqueados.

[0043] Em particular, o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais pode ser utilizado como adjuvante para os ligantes hidráulicos escolhido entre os gessos, cimentos, revestimento, concreto ou ligantes à base de sulfato de cálcio anidro. Entre os ligantes hidráulicos à base de sulfato de cálcio, os gessos à base de sulfato de cálcio hemi-hidratado (α ou β) convém muito particularmente de acordo com a invenção ou os ligantes à base de sulfato de cálcio anidro.

[0044] O copolímero de acordo com a invenção ou seus sais pode apresentar uma estrutura química variada. Em particular, a distribuição das unidades (I) e (II) no copolímero pode variar de uma molécula a outra. Notadamente o copolímero de acordo com a invenção pode apresentar uma estrutura com bloco, estatística, alternada ou com gradiente.

[0045] Por estrutura com bloco, entende-se de acordo com a invenção uma estrutura que compreende blocos distintos de cada uma das unidades de monômeros.

[0046] Por estrutura estatística, entende-se de acordo com a invenção uma estrutura que compreende as unidade de monômeros repartidos de maneira estatística ou ainda aleatória na cadeia polímero.

[0047] Por estrutura alternada, entende-se de acordo com a invenção uma estrutura onde as unidade de monômeros são alternados na cadeia polímero.

[0048] Por estrutura com gradiente, entende-se de acordo com a invenção uma estrutura onde a concentração de cada unidade de monômero varia inversamente proporcional uma em relação à outra.

[0049] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção apresentará uma

estrutura estatística ou com gradiente.

[0050] De preferência, as proporções relativas de cada uma das unidades (I) ou (II) no copolímero podem variar de 1 /99 a 99/1 em proporção de unidades individuais.

[0051] De preferência a proporção relativa de unidade (I) em relação a unidade (II) é compreendida entre 70/30 a 99/1.

[0052] Mais preferencialmente, a proporção relativa de unidade (I) em relação à unidade (II) é compreendida entre 80/20 a 98/2.

[0053] Ainda mais de preferência, a proporção relativa de unidade (I) em relação à unidade (II) é compreendida entre 85/15 a 97/3.

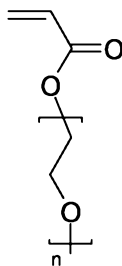
[0054] O copolímero de acordo com a invenção ou seus sais possui uma massa molar compreendida entre 500 a 18000 daltons, mais particularmente compreendida entre 1000 a 16000 daltons, de preferência compreendida entre 1500 a 15000 daltons, mais preferencialmente compreendida entre 2000 a 10000, ainda mais preferencialmente de 2000 a 6000 daltons.

[0055] O copolímero de acordo com a invenção pode se apresentar sob forma de sais ou sob forma ácida, totalmente ou parcialmente. Os sais ou os íons que convêm de acordo com a invenção podem ser escolhidos entre os metais tais como foram descritos na classificação periódica dos elementos, em particular os metais alcalinos ou os metais alcalino-terrosos. Outros metais, como os metais de transição podem convir igualmente.

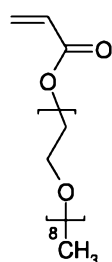
[0056] Os copolímeros são obtidos por copolimerização, de preferência de tipo radicalar de monômeros apropriados. A copolimerização pode ser conduzida de maneira convencional pelo especialista.

[0057] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção é realizado a partir de monômero de ácido acrílico.

[0058] De preferência, o copolímero de acordo com a invenção é realizado a partir de monômero da seguinte fórmula:



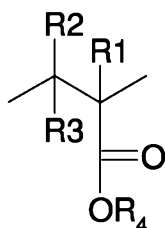
[0059] Ainda mais preferencialmente, o copolímero de acordo com a invenção é realizado a partir de monômero da seguinte fórmula:



[0060] A concentração de copolímero de acordo com a invenção na formulação depende do emprego desejado. O copolímero de acordo com a invenção pode ser utilizado sob forma de solução líquida, por exemplo, uma solução aquosa, sob forma de dispersão, ou ainda sob forma de pó. De preferência o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais será utilizado a uma concentração compreendida entre 0,01 a 10%, de preferência de 0,1 a 5%, ainda mais de preferência de 0,2 a 2% em peso seco de copolímero em relação ao peso seco do ligante hidráulico.

[0061] Por fim, o copolímero formulado poderá ser utilizado sozinho ou em associação com um ou vários outros adjuvantes tais como um acelerador, retardador, espessante, agente reológico ou eventualmente outro dispersante, a fim de ajustar as propriedades reológicas e de pega do material.

[0062] A invenção tem igualmente por objeto um ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio que compreende pelo menos um copolímero ou um de seus sais de acordo com a invenção o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I)



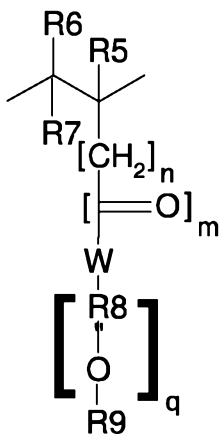
(I)

na qual

R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀, ou um radical $-(\text{CH}_2)_p\text{-COOR}$ ou uma forma ionizada desta última com p é igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila em C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



(II)

com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀ ou um radical $-(\text{CH}_2)_n(\text{C}=\text{O})_m\text{-W}-(\text{R8}-\text{O})_q\text{-R9}$;

R8 representa um radical alquila linear ou ramificado em C₂ a C₂₀;

R9 representa um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila linear ou

ramificado em C₁ a C₂₀;

W representa um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido entre 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido entre 0 e 200;

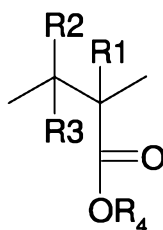
e cuja massa molar do copolímero sendo compreendida entre 500 a 18000 daltons.

[0063] O copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais pode ser incorporado no ligante hidráulico sob forma de solução líquida, sob forma dispersão, ou ainda sob forma pó.

[0064] O ligante hidráulico de acordo com a invenção pode ser utilizado para a fabricação de elementos para o domínio da construção, notadamente para qualquer elemento constitutivo de uma construção como, por exemplo, um piso, uma parede, uma divisória, um teto, uma viga, um arremate, uma bancada.

[0065] A concentração de copolímero de acordo com a invenção no reboco depende do emprego visado. De preferência o copolímero de acordo com a invenção ou um de seus sais será utilizado a uma concentração compreendida entre 0,05 a 5%, de preferência 0,05 a 2% em peso de copolímero em relação ao peso do reboco.

[0066] A invenção tem ainda por outro objeto elementos para o domínio da construção obtidos de um ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio que compreende pelo menos um copolímero ou um de seus sais o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I)



(I)

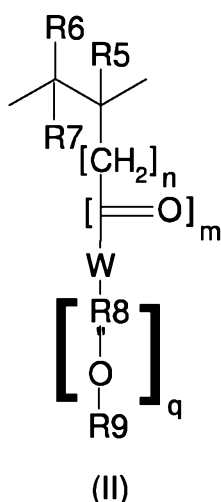
na qual

R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio,

um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀, ou um radical -(CH₂)_p-COOR ou uma forma ionizada desta última com p é igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila em C₁ a C₆;

R₄ representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



com

R₅, R₆, R₇ representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀ ou um radical -(CH₂)_n (C=O)_m-W-(R₈-O)_q-R₉;

R₈ representando um radical alquila linear ou ramificado em C₂ a C₂₀;

R₉ representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila linear ou ramificado em C₁ a C₂₀;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido entre 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido entre 0 e 200;

e cuja massa molar do copolímero sendo compreendida entre 500 a 18000 daltons.

[0067] A figura 1 representa a viscosidade de 3 rebocos, com ou sem copolímero

de acordo com a invenção, em função do tempo.

[0068] A figura 2 apresenta a viscosidade relativa de 3 rebocos, com ou sem copolímero de acordo com a invenção, em função do tempo.

[0069] Os exemplos seguintes ilustram a invenção sem limitar seu alcance.

[0070] EXEMPLOS

[0071] Exemplo 1: Síntese de um copolímero à base de um macromonômero de tipo acrílico - copolímero 1

[0072] Em um reator de duplo envoltório de 1000 ml, água (141,7g) e o ácido tioglicólico (3,79g) são pesados sucessivamente. Uma montagem reacional é realizada a qual compreende uma agitação mecânica, um refrigerante, uma entrada de nitrogênio e uma sonda de temperatura. O meio reacional é posto para desgaseificar sob nitrogênio e é aquecido a 85°C com ajuda do duplo envoltório. Após atingir a temperatura de ajuste e desgaseificação suficiente (cerca de 15 minutos), as 3 soluções abaixo são adicionadas progressivamente durante 1h30:

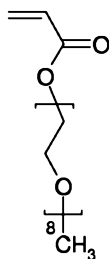
- 7.14g vazo68WSP (iniciador térmico de origem Dupont) em 52.22g NaOH 1 M;

- 9.47g de ácido tioglicólico em 14,93g de água;

- 39.2g AMPEG450 (origem ALDRICH) em 225g de água e 118,1g de ácido acrílico.

[0073] O meio reacional é deixado reagir mais 30 minutos após a introdução dos reagentes. A solução de copolímero assim obtida é deixada resfriar e depois neutralizada com 61,2 g NaOH em pastilhas. Uma solução aquosa incolor límpida é obtida, cujo pH é igual a 6.

[0074] A massa molar em peso do copolímero obtido é de 3000 daltons (Mw). Ela foi avaliada por cromatografia de exclusão esteárica (SEC) em fase aquosa utilizando uma calibração pAANA. O copolímero contém em média 95% de unidades de ácido acrílico e 5% de unidades de AMPEG450.

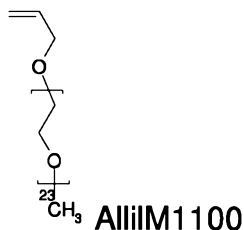


AMPEG450

[0075] Exemplo 2: Síntese de um copolímero à base de um macromonômero de tipo alílico - copolímero 2

[0076] Em um balão tetracol de 500 ml, água (160g), um macromonômero alílico de metoxipolietileno glicol (33.4g AM1100 de origem Clariant), ácido acrílico (8.3g) e ácido tioglicólico (1.58g) são pesados sucessivamente. Uma montagem reacional é realizada compreendendo uma agitação magnética, um refrigerante, uma barra de nitrogênio e uma sonda de temperatura. O meio reacional é aquecido a 85°C e após desgaseificação suficiente do meio (cerca de 15 minutos) ao nitrogênio, um iniciador térmico é adicionado (2,61g de 68WSP Vazo de origem Dupont). E depois uma solução de 33,3 g de ácido acrílico, 131,5 g de água e 1,83 g de ácido tioglicólico é adicionado progressivamente durante 60 minutos. Após adição de reativos, o meio é deixado para reagir ainda 1 hora suplementar. Uma solução incolor levemente turva é obtida cujo pH é igual a 2.

[0077] A massa molar em peso do copolímero obtido é de 3000 daltons (Mw). Ela foi avaliada por cromatografia de exclusão esteárica (SEC) aquosa utilizando uma calibração pAANa. O copolímero contém em média 95% de unidades de ácido acrílico e 5% de unidades de AllilM1100.



AllilM1100

[0078] Exemplo 3: Avaliação do efeito bloqueador e fluidificante dos copolímeros 1 e 2 sobre pasta líquida de hemi-hidrato de sulfato de cálcio:

[0079] Os efeitos bloqueadores e fluidificantes dos copolímeros 1 e 2 são

avaliados sobre uma pasta líquida de hemi-hidrato de sulfato de cálcio homogeneizado a uma proporção Água/pó (E/P=0.60). A fluidez da pasta líquida é avaliada através do teste dito do “anel de espalhamento”. Um cilindro (ainda denominado anel de espalhamento) de tamanho bem definido (largura 30mm - Altura 50mm) é posicionado na bancada, de modo que o volume delimitado pelo interior do cilindro e a bancada forma uma cavidade. Esta cavidade é totalmente preenchida com pasta líquida a testar. E depois o cilindro é levantado delicadamente. Então a pasta líquida a testar se estende na bancada. A superfície espalhada da pasta líquida a testar é determinada. O tempo de bloqueio é avaliado visualmente. O gesso é um gesso β de origem natural SELECTA. Os copolímeros provenientes dos exemplos 1 e 2 são testados em comparação de um homopolímero de ácido acrílico (FI 1000a produzido pela empresa SNF Floerger). A massa molar em peso deste homopolímero é de 3000 daltons (Mw) e foi avaliada por SEC aquosa utilizando uma calibração pAANa.

[0080] Os copolímeros 1 e 2 são comparados com um agente bloqueador clássico: homopolímero de ácido acrílico.

[0081] Os ensaios foram realizados em uma dosagem de copolímero ou homopolímero seco de 0.25% em relação ao peso seco de hemi-hidrato de sulfato de cálcio. Os resultados são consignados na tabela I seguinte.

Referência	Espalhamento (mm)
Copolímero 1	125
Copolímero 2	120
FI1000a	60
FI1000a + fluidificante (EthacrylM de Lyondell)	60

Tabela I

[0082] Os resultados mostram um melhor espalhamento da pasta líquida na presença dos copolímeros de acordo com a invenção comparado com homopolímero de ácido acrílico, aditivado ou não com um fluidificante. A pasta

líquida é bem mais fluida utilizando os copolímeros 1 e 2.

[0083] Em todos os casos, estas pastas de hemi-hidrato de sulfato de cálcio não tem pega após 3 meses.

[0084] Exemplo 4: Avaliação do efeito bloqueador e fluidificante do copolímero 1 sobre um reboco à base de hemi-hidrato de sulfato de cálcio:

[0085] Os efeitos bloqueador e fluidificante do copolímero 1 são avaliados sobre rebocos à base de hemi-hidrato de sulfato de cálcio. Diferentes rebocos são fabricados a partir do copolímero 1 e homopolímero de ácido acrílico (FI1000a produzido pela empresa SNF Floerger) em associação ou não com o fluidificante Ethacryl M (de Lyondell).

[0086] Os diferentes rebocos preparados (ver tabela II) não têm pega após 3 meses. Uma solução de sulfato de alumínio hexadecaidratado (empresa Sigma) é acrescentada a cada um dos rebocos para proceder ao desbloqueio dos rebocos (2,56 g de solução para 100 g de pasta bloqueada). A viscosidade do reboco é medida através de viscosímetro Brookfield equipado com o eixo spindle D a uma velocidade de $2,5 \text{ s}^{-1}$. As medidas são operadas sobre a pasta bloqueada (T_0), e depois durante o tempo após desbloqueio durante 2 horas. A tabela III e as figuras 1 e 2 agrupam os valores e as evoluções de viscosidade obtidas a partir destes três rebocos.

		extrato seco	Reboco 1 % m/m	Reboco 2 % m/m	Reboco 3 % m/m
Água	água de torneira	100%	26,20%	24,03%	26,19%
Anti-espuma	clerol NXZ	100%	0,06%	0,06%	0,06%
Gesso	SH natural Beta	100%	25,09%	25,60%	25,08%
Carga calcária	mikhart 15	100%	39,37%	40,18%	39,35%
Mica	MU 247	100%	1,47%	1,50%	1,46%
Talco	talco luzenac	100%	2,74%	2,79%	2,73%
Polímero	Poval 217S	100%	0,34%	0,35%	0,34%

Espressante	MHPC 20000P	100%	0,42%	0,43%	0,42%
Biocida	Acticida MBS	100%	0,30%	0,31%	0,30%
Ligante	Airflex EP17	50%	3,54%	3,61%	3,54%
Bloqueador	FI1000A	53,10%	0,47%		0,47%
Bloqueador/fluidific ante	Copolímero 1	22,28%		1,15%	
Superplastificante	Ethacryl				0,05%
			100,00%	100,00%	100,00%

Tabela II

		Reboco bloqueado	Pasta desbloqueada			
		Viscosidade (cPs) T0	Viscosidade (cPs) T=10'	Viscosidade (cPs) T=60'	Viscosidade (cPs) T=120'	
Tempo (Minutos)		0	10	60	120	
Reboco 1	Viscosidade (x 1000 cPs)	660000	560000	640000	1000000	
	Viscosidade /viscosidad e pasta bloqueada (%)	0%	-15,2%	-3,0%	51,5%	
Reboco 2	Viscosidade (x 1000 cPs)	510000	540000	540000	620000	
	Viscosidade /viscosidad	0%	5,9%	5,9%	21,6%	

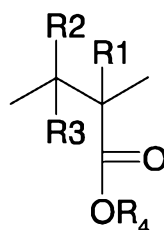
	e pasta bloqueada (%)				
Reboco 3	Viscosidade (x 1000 cPs)	610000	365000	415000	420000
	Viscosidade /viscosidad e pasta bloqueada (%)	0%	-40,2%	-32,0%	-31,1%

Tabela III

[0087] A análise das medidas de viscosidade obtidas sobre o reboco preparado com o copolímero 1 (reboco 2) mostra uma evolução muito baixa durante 2 horas (120 minutos) que seguem o desbloqueio pela solução de sulfato de alumínio em comparação com estas medidas sobre o reboco com homopolímero acrílico sozinho (reboco 1) que apresentam uma evolução muito forte após 1 hora, ou as medidas sobre o reboco preparado com homopolímero acrílico associado a um fluidificante (reboco 3) que mostram uma violenta queda de viscosidade exatamente após o desbloqueio pela solução de sulfato de alumínio.

REIVINDICAÇÕES

1. Utilização de pelo menos um copolímero ou um de seus sais caracterizada pelo fato de que é como agente fluidificante e agente bloqueador em uma composição compreendendo água e ligante hidráulicos à base de sulfato de cálcio, em que o referido copolímero compreende pelo menos uma unidade de fórmula (I)

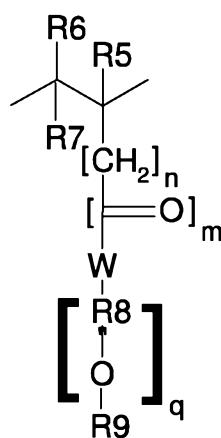


(I)

na qual R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado, ou um radical -(CH₂)_p-COOR ou uma forma ionizada desta última com p sendo igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente, divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



(II)

com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado ou um radical $-(CH_2)_n-(C=O)_m-W-(R_8-O)_q-$ R9;

R8 representando um radical alquila C₂ a C₂₀ linear ou ramificado;

R9 representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido de 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido 2 e 30;

e cuja massa molar do dito copolímero é compreendida de 500 a 18000 daltons, a proporção relativa de unidade (I) em relação a unidade (II) no copolímero está entre 70/30 a 99/1.

2. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio é escolhido dentre os gessos à base de sulfato de cálcio hemi-hidratado (α ou β) ou ligantes à base de sulfato de cálcio anidro.

3. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero ou um de seus sais cuja estrutura é uma estrutura em bloco, estatística, alternada ou gradiente.

4. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero ou um de seus sais cuja massa molar é compreendida de 1000 a 16000 daltons.

5. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R1 que representa um átomo de hidrogênio.

6. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R2 que representa um átomo de hidrogênio.

7. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de

que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R3 que representa um átomo de hidrogênio.

8. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R4 que representa um átomo de hidrogênio.

9. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R5 que representa um átomo de hidrogênio.

10. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R6 que representa um átomo de hidrogênio.

11. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R7 que representa um átomo de hidrogênio.

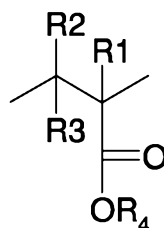
12. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero para o qual W representa um átomo de oxigênio.

13. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R8 que representa um radical alquila C₂.

14. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero que possui um radical R9 que representa um radical alquila C₁ ou um átomo de hidrogênio.

15. Utilização de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que se utiliza o referido copolímero para o qual q é um número inteiro compreendido entre 4 a 25.

16. Ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos um copolímero ou um de seus sais o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I) como definido na reivindicação 1,



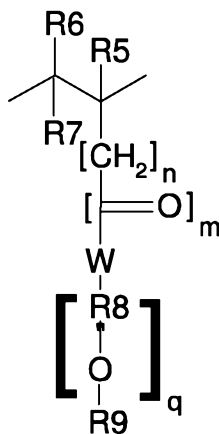
(I)

na qual

R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado, ou um radical $-(\text{CH}_2)_p\text{-COOR}$ ou uma forma ionizada desta última com p sendo igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente, divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (II)



(II)

com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado ou um radical $-(\text{CH}_2)_n\text{-(C=O)}_m\text{-W-(R8-O)}_q\text{-R9}$;

R8 representando um radical alquila linear ou ramificado C₂ a C₂₀;

R9 representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila C₁ a C₂₀

linear ou ramificado;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido entre 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

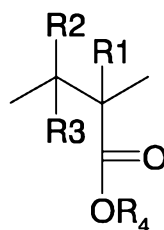
q sendo um número inteiro compreendido entre 2 e 30;

e cuja massa molar do dito copolímero é compreendida de 500 a 18000 daltons, a proporção relativa de unidade (I) em relação a unidade (II) no copolímero está entre 70/30 a 99/1.

17. Utilização de um ligante hidráulico como definido na reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que é para a fabricação de elementos para o domínio da construção compreendendo a adição de um agente desbloqueador.

18. Elementos para o domínio da construção, caracterizados pelo fato de que são obtidos a partir de um ligante hidráulico à base de sulfato de cálcio como definido na reivindicação 16, um agente desbloqueador e pelo menos um copolímero ou um de seus sais,

o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de fórmula (I)



(I)

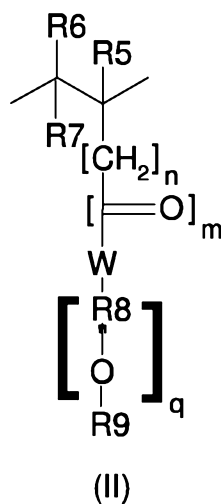
na qual

R1, R2, R3 representam independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado, ou um radical -(CH₂)_p-COOR ou uma forma ionizada desta última com p sendo igual a 0 ou 1, e R é um átomo de hidrogênio ou ainda R é um radical alquila C₁ a C₆;

R4 representa um átomo de hidrogênio, um íon monovalente, divalente ou trivalente, ou um radical amônio quaternário;

e o referido copolímero compreendendo pelo menos uma unidade de

fórmula (II)



com

R5, R6, R7 representando independentemente um átomo de hidrogênio, um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado ou um radical -(CH₂)_n (C=O)_m-W-(R8-O)_q-R9;

R8 representando um radical alquila C₂ a C₂₀ linear ou ramificado;

R9 representando um átomo de hidrogênio, ou um radical alquila C₁ a C₂₀ linear ou ramificado;

W representando um átomo de oxigênio ou de nitrogênio;

n sendo um número inteiro compreendido entre 0 a 2;

m sendo um número inteiro igual a 0 ou 1;

q sendo um número inteiro compreendido entre 2 e 30;

e cuja massa molar do dito copolímero é compreendida de 500 a 18000 daltons, a proporção relativa de unidade (I) em relação a unidade (II) no copolímero está entre 70/30 a 99/1.

FIGURA 1

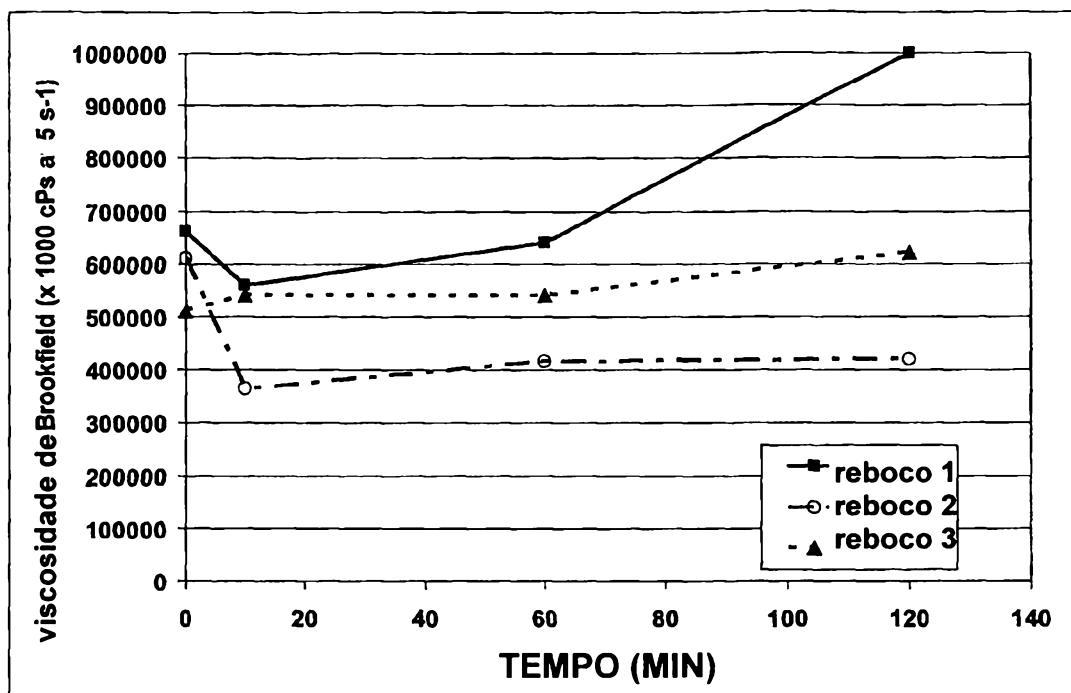


FIGURA 2

