



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

(11) PI 0507643-9 B1

(22) Data do Depósito: 20/01/2005

(45) Data de Concessão: 23/02/2016
(RPI 2355)



(54) Título: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM EMULSIFICANTE, EMULSIFICANTE, DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, USO DE UM EMULSIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO ADESIVA

(51) Int.Cl.: C08F 220/00; C09F 1/04; C09J 201/00

(30) Prioridade Unionista: 13/02/2004 EP 04445012.0

(73) Titular(es): MOMENTIVE SPECIALTY CHEMICALS INC.. HEXION SPECIALTY CHEMICALS, INC.

(72) Inventor(es): PATRICK AARTS, LODEWIJK HOUBEN, JOHN HAZEN

“PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM EMULSIFICANTE, EMULSIFICANTE, DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, USO DE UM EMULSIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO ADESIVA”

[0001] A invenção atual refere-se a uma dispersão de agente de pegajosidade composta de um emulsificante, a um processo para a produção do mesmo, ao seu uso como um agente de pegajosidade, e a uma composição adesiva compreendendo a dispersão de agente de pegajosidade. A invenção também se refere a um emulsificante, a um método para a produção do mesmo e ao seu uso para materiais resinosos emulsificantes.

Fundamentos

[0002] Vários tipos de formulações adesivas, especialmente os adesivos sensíveis à pressão com base em polímeros sintéticos, tais como os polímeros acrílicos e os copolímeros em bloco estirênicos, usualmente necessitam algum tipo de agente de pegajosidade na formulação. O agente de pegajosidade melhora as propriedades adesivas, tais como a adesividade, a resistência ao destacamento e a facilidade de umidificação da superfície. A adesividade de um adesivo permite que o mesmo forme uma ligação imediata entre as superfícies contatadas, quando elas são juntadas.

[0003] Os agentes de pegajosidade geralmente são baseados em resinas, em resinas de agente de pegajosidade, que podem ser considerados como solventes de alta viscosidade para um polímero básico em uma formulação. O agente de pegajosidade deve ser visto como um material que se refere a um material ou a um grupo de materiais específicos ao qual ele se adere.

[0004] Vários materiais resinosos têm sido sugeridos como resinas de agente de pegajosidade para polímeros sintéticos. Exemplos de materiais sugeridos incluem colofônia, colofônia modificada, ésteres de colofônia tais como ésteres de glicerol de colofônia e pentaeritritol ésteres de colofônia,

resinas de hidrocarbonetos alifáticos, resinas de petróleo aromático, resinas DCPD, resinas de terpeno, resinas de terpeno/fenol e resinas de cumarona/indeno.

[0005] As resinas de agente de pegajosidade para adesivos sensíveis à pressão, usualmente são baseadas em colofônia e/ou em derivados do mesmo ou em resinas de hidrocarbonetos. A colofônia é um produto natural resinoso, consistindo principalmente de ácidos de colofônia. Tipicamente os ácidos de colofônia são, por exemplo, o ácido abiético e o ácido levopimárico. A diferença entre os ácidos de colofônia é principalmente o número e a posição das duplas ligações. A colofônia poderá ser classificada devido às espécies da árvore da qual ele se origina, tais como a colofônia chinesa, indonésia e brasileira e/ou ao processo de produção do qual ele se origina, como a goma de colofônia, a goma de madeira ou colofônia de resina de polpa de madeira.

[0006] As resinas de hidrocarbonetos geralmente são polímeros alifáticos ou aromáticos de baixo peso molecular, tipicamente tendo um peso molecular médio ponderal de 500 - 3000. As resinas de hidrocarbonetos alifáticos comuns são resinas derivadas das assim chamadas correntes de alimentação C_5 e as resinas de hidrocarbonetos aromáticos comuns são derivadas das correntes de alimentação C_9 . Estas correntes de alimentação são originadas da indústria de craqueamento de óleo.

[0007] Em composições adesivas aquosas, é comum incluir-se a resina de agente de pegajosidade na forma de uma dispersão aquosa. Para se fazer uma dispersão a partir de um material resinoso como colofônia ou resina de hidrocarboneto, é necessário um tensoativo atuando como um emulsificante. No caso de colofônia e de resinas de hidrocarbonetos, a dispersão aquosa usualmente é feita primeiramente fundindo-se a colofônia ou a resina de hidrocarbonetos e então adicionando-se um tensoativo e água, para formar uma dispersão na qual a colofônia /resina está na fase dispersa e a água na fase contínua.

[0008] Vários tensoativos diferentes são conhecidos na técnica, tais como alquil sulfonatos, sulfatos de álcool graxo, e ésteres de fosfato. No entanto, o uso destes tipos de tensoativos poderá resultar em um adesivo, quando seco, que é higroscópico, o que poderá resultar em um branqueamento indesejável do filme adesivo. A resistência coesiva de uma ligação adesiva e a estabilidade mecânica da dispersão de resina de agente de pegajosidade também poderão ser muito baixas.

[0009] A US 5552519 apresenta um tensoativo derivado de um éster de colofônia.

[00010] A US 2003/0092829 apresenta um aglutinante baseado em um produto da reação de óleo de soja, anidrido maleico e um polietileno glicol de baixo peso molecular.

[00011] A US 6464764 apresenta um agente protetor de madeira compreendendo um aglutinante feito, por exemplo, de óleo de linhaça e pequenas quantidades de ácido maleico e polietileno glicol.

[00012] A WO 94/18260 apresenta uma resina solúvel em água e seca ao ar tendo um valor de iodo entre 50 e 150. A resina é composta substancialmente de unidades de: A. um monoéter de um polietileno glicol tendo 5-100 unidades de óxido por molécula, e B. o produto da reação de: B1) um ou mais ácidos graxos insaturados ou um ou mais poliálcoois esterificados com ácidos graxos insaturados com B2) o composto carboxila alfa, beta-etilenicamente insaturado, onde a relação molar entre A:B é em torno de 0,2:1 até cerca de 4:1.

[00013] A GB 785474 apresenta um processo para a produção de produtos de condensação, compreendendo a condensação de um óxido de polialquilenos ou um derivado do mesmo, cujo óxido ou derivado possui, além de um grupo lipofílico, pelo menos um grupo hidroxila livre, e tem um peso molecular de pelo menos 1000, em uma temperatura elevada com um ácido carboxílico polibásico que contém pelo menos três grupos carboxila e pelo

menos um grupo lipofílico.

[00014] A US 2004/0158003 apresenta um processo para a preparação de um tensoativo, compreendendo: a reação de um ácido ou anidrido carboxílico alfa, beta-insaturado ou um éster do mesmo, com uma resina compreendendo resíduos monoméricos de hidrocarbonetos, para produzir um derivado; e a reação do derivado com óxido de alquilenos ou com um poli(óxido de alquilenos) reativo a carboxila, para produzir o tensoativo.

[00015] Propriedades importantes para uma dispersão de agente de pegajosidade são o seu comportamento espumante, o equilíbrio entre o teor de sólidos/viscosidade, a estabilidade mecânica, as propriedades de umidificação, e a vida de prateleira.

[00016] Partículas menores de colofônia /resina na dispersão de agente de pegajosidade, geralmente, produzirão uma estabilidade melhor, o que significa uma vida de prateleira mais longa.

[00017] Assim sendo, existe ainda a necessidade por uma dispersão de agente de pegajosidade que produza uma resistência à água melhorada em um adesivo seco quando utilizado em composições adesivas, em comparação com os tensoativos tradicionais. Existe também uma necessidade para a produção de uma dispersão de agente de pegajosidade que preencha os requisitos listados acima.

[00018] Assim sendo, um objetivo da invenção atual é apresentar uma dispersão de agente de pegajosidade com estabilidade em estocagem elevada, boa estabilidade mecânica e baixas características de espumação, e a qual produza uma perda de resistência coesiva baixa quando formulada em composições adesivas. Ainda um outro objetivo da invenção atual é apresentar um emulsificante que possa ser produzido em um processo que requeira apenas poucas etapas.

A invenção

[00019] Os objetivos da invenção atual são alcançados através de uma

dispersão de agente de pegajosidade compreendendo um certo emulsificante. A invenção também se refere a um processo para a produção de uma dispersão de agente de pegajosidade, a um método para a produção de um emulsificante, a um emulsificante, ao uso do emulsificante, ao uso da dispersão de agente de pegajosidade, e a uma composição adesiva compreendendo a dispersão de agente de pegajosidade. Com surpresa, foi verificado que as dispersões de agente de pegajosidade compreendendo emulsificantes apresentam tamanhos muito pequenos de partículas de material resinoso disperso e podem ser feitas com alto teor de sólidos. As dispersões compreendendo emulsificantes também têm uma estabilidade em estocagem e uma estabilidade mecânica excelentes. Além disso, as composições adesivas compreendendo a dispersão de agente de pegajosidade têm uma alta resistência à água, excelente coesão, alta adesão, e boas propriedades de umidificação.

[00020] Um aspecto da invenção se refere a um processo para a produção de uma dispersão de agente de pegajosidade, compreendendo a dispersão de um material resinoso em uma fase aquosa na presença de um emulsificante, o emulsificante sendo obtenível através de um método compreendendo a produção de um éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas, a reação do éster com um dienófilo contendo um grupo ácido ou anidrido, para formar um produto intermediário A, e a reação com um ou mais polialquilenos glicóis.

[00021] Um outro aspecto da invenção se refere a uma dispersão de agente de pegajosidade, compreendendo um material resinoso e um emulsificante, o emulsificante sendo obtenível através de um método conforme definido acima. O emulsificante pode, portanto, ser um produto da reação de um ou mais polialquilenos glicóis com um produto intermediário A, formado pela reação entre o éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas com um dienófilo contendo um grupo

ácido ou de anidrido.

[00022] Ainda um outro aspecto da invenção se refere ao uso de um emulsificante conforme definido acima para a dispersão de um material resinoso.

[00023] Outro aspecto da invenção se refere a um processo para a produção de um emulsificante, compreendendo a produção de um éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas, a reação do éster com um dienófilo contendo um grupo ácido ou anidrido, para formar um produto intermediário A, e a reação do produto intermediário A com um ou mais polialquilenos glicóis tendo um peso molecular médio, determinado pela análise do número de hidroxilas, de mais de 650.

[00024] Ainda outro aspecto da invenção se refere a um emulsificante obtenível conforme descrito acima. O emulsificante pode, portanto, ser um produto da reação de um ou mais polialquilenos glicóis tendo um peso molecular médio de mais de 650 com um produto intermediário A, formado pela reação entre um éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas com um dienófilo contendo um grupo ácido ou de anidrido.

[00025] O éster de um ou mais ácidos graxos, adequadamente tem um número de iodo de mais de cerca de 60, de preferência, mais de cerca de 100, mais de preferência, mais de cerca de 140 g de iodo por 100 g de éster. O éster adequadamente é um éster de um ou mais ácidos graxos e um álcool. O álcool adequadamente é um poliol C₁-C₁₀ mono-, di- ou triol ou maior, de preferência, um C₁-C₆ mono-, di- ou triol, mais de preferência, um glicerol ou etileno glicol, mais de preferência, um glicerol. O éster de preferência é um glicol mono- ou diéster de um ou mais ácidos graxos de um mono-, di- ou triglicerídeo de um ou mais ácidos graxos, mais de preferência, um triglicerídeo de um ou mais ácidos graxos. Glicol mono- ou diésteres adequados de um ou mais ácidos graxos incluem qualquer um que contenha

duas duplas ligações, tais como etileno glicol linolenato e etileno glicol linolato. Triglicerídeos adequados de um ou mais ácidos graxos incluem óleos vegetais e alguns óleos animais dos quais, por exemplo, podem ser mencionados óleo de sardinha, óleo de linhaça, óleo de tungue, óleo de noqueira, óleo de soja, óleo de cártamo, óleo de girassol, óleo de gergelim, óleo de algodão, óleo de milho, óleo de colza, óleo de amendoim, óleo de crambe, óleo de rícino, azeite, óleo de canola, óleo de semente de uva, e óleo de gergelim, sendo utilizados, de preferência, o óleo de sardinha e o óleo de linhaça, o óleo de tungue, o óleo de noqueira, o óleo de soja, o óleo de cártamo, e o óleo de girassol. De preferência, o triglicerídeo é escolhido do grupo de óleo de linhaça, óleo de soja, e óleo de girassol.

[00026] Deve ser entendido que os ésteres de um ou mais ácidos graxos referidos aqui não incluem ésteres que poderão ter sido formados de impurezas de ácidos graxos em colofônia, quando produzindo ésteres de colofônia.

[00027] Dienófilos adequados contendo um grupo ácido ou de anidrido incluem ácidos carboxílicos alfa- e beta etilenicamente insaturados e anidridos dos mesmos, que poderão ser escolhidos de ácidos carboxílicos mono-, di- e poli-básicos, etilenicamente insaturados e anidridos dos mesmos, assim como misturas de dois ou mais ácidos ou anidridos carboxílicos etilenicamente insaturados. O ácido carboxílico etilenicamente insaturado adequadamente é um ácido C₃-C₄ mono- ou dicarboxílico alfa-beta insaturado e poderá ser escolhido de ácido acrílico, ácido crotônico, ácido sórbico, ácido maleico, ácido metil maleico, ácido etil maleico, ácido propil maleico, ácido butil maleico, ácido fumárico, e os estruturalmente semelhantes, e também anidridos dos mesmos. Adequadamente, os ácidos carboxílicos etilenicamente insaturados são ácidos dibásicos ou anidridos dos mesmos, de preferência, ácido maleico, anidrido maleico, e ácido fumárico, mais de preferência o anidrido maleico.

[00028] Um ou mais polialquilenos glicóis, adequadamente pertencem ao grupo de polialquilenos glicóis C_2-C_5 , tais como polietileno glicol e polipropileno glicol. Os polialquilenos glicóis cobertos nas extremidades, tais como mono alquil éteres de polialquilenos glicol C_2-C_5 , onde alquila adequadamente é alquila C_1-C_5 , de preferência, alquila C_1-C_4 , como metóxi polietileno glicol e butóxi polietileno glicol, são especialmente preferidos. Mais de preferência, pelo menos um ou mais dos polialquilenos glicóis é polietileno glicol. O peso molecular médio do polialquilenos glicol, determinado pela análise do número de hidroxilas, adequadamente é de cerca de 500 a cerca de 12.000, e de preferência, é mais de 650. De preferência, o peso molecular é de cerca de 1000 a cerca de 8000, mais de preferência, de cerca de 1500 a cerca de 5000. Também é adequado utilizar-se uma mistura de um polialquilenos glicol de peso molecular mais elevado com outro com um peso molecular menor. Em tais casos, um ou mais polialquilenos glicóis poderão ser uma mistura de um polialquilenos glicol tendo um peso molecular médio, determinado pela análise do número de hidroxilas, adequadamente, de cerca de 500 a cerca de 2500, de preferência, de cerca de 1000 a cerca de 2000, com um polialquilenos glicol tendo um peso molecular médio, adequadamente, de cerca de 3000 a cerca de 5000, de preferência, de cerca de 3500 a cerca de 4500.

[00029] A relação em peso entre o éster de um ou mais ácidos graxos e o dienófilo, adequadamente é de cerca de 0,5:1 a cerca de 20:1, de preferência, de cerca de 1:1 a cerca de 10:1, mais de preferência, de cerca de 1:1 a cerca de 8:1, mais de preferência, de cerca de 4:1 a cerca de 8:1.

[00030] A reação do éster de um ou mais ácidos graxos com o dienófilo adequadamente forma um derivado Diels-Alder de uma insaturação no dienófilo e as ligações duplas conjugadas na parte de ácido graxo do éster e, portanto, introduz um ou mais grupos ácidos e/ou de anidrido no mesmo. O produto intermediário resultante A, de preferência, tem um número de iodo de

cerca de 0 a cerca de 100, mais de preferência, de cerca de 10 a cerca de 80, mais de preferência, de cerca de 10 a cerca de 70 g de iodo por 100 g de A.

[00031] A reação do éster de um ou mais ácidos graxos com o dienófilo adequadamente acontece em uma mistura da reação em uma temperatura de cerca de 160 a cerca de 260 ° C, de preferência, de cerca de 180 a cerca de 230 ° C, mais de preferência, de cerca de 190 a cerca de 220°C.

[00032] Um ou mais grupos ácidos e/ou de anidrido do produto intermediário A introduzido pela reação Diels-Alder constituem enxertos para uma reação posterior com o grupo hidroxila em um ou mais polialquilenos glicóis. A relação em peso entre o produto intermediário A e a quantidade total de um ou mais polialquilenos glicóis, adequadamente é de cerca de 0,05:1 a cerca de 5:1, de preferência, de cerca de 0,08:1 a cerca de 1:1, mais de preferência, de cerca de 0,1:1 a cerca de 0,5:1, mais de preferência, de cerca de 0,1:1 a cerca de 0,4:1. O emulsificante resultante, de preferência, tem um número de iodo de cerca de 0 a cerca de 20, mais de preferência, de cerca de 2 a cerca de 17, mais de preferência, de cerca de 5 a cerca de 15 g de iodo por 100 g de produto. O peso molecular médio do emulsificante, de preferência, é de cerca de 2000 a cerca de 19.000, mais de preferência, de cerca de 4000 a cerca de 12.000, mais de preferência, de cerca de 6000 a cerca de 7000. Em uma realização, o emulsificante é uma mistura de pelo menos um componente tendo um peso molecular de cerca de 7000 a 11.000, pelo menos um componente tendo um peso molecular de cerca de 3000 a cerca de 6500, e pelo menos um componente tendo um peso molecular de cerca de 300 a cerca de 1000.

[00033] A reação do produto intermediário A com um ou mais polialquilenos glicóis adequadamente acontece em uma temperatura de cerca de 160 a cerca de 300 ° C, de preferência, de cerca de 190 a cerca de 260 ° C. A temperatura ótima poderá depender do polialquilenos glicol que é utilizado.

[00034] O material resinoso, adequadamente, é uma resina de hidrocarbonetos ou uma colofônia, ou uma mistura dos mesmos. Resinas de hidrocarbonetos adequadas incluem resinas de hidrocarbonetos alifáticos ou aromáticos derivados respectivamente de correntes de alimentação C_5 e correntes de alimentação C_9 , resinas DCPD, resinas de terpeno, resinas de terpeno/fenol e resinas de cumarona/indeno. O material resinoso, de preferência, é colofônia. A colofônia é composta de ácidos de colofônia que são principalmente uma mistura de ácidos carboxílicos monobásicos C_{20} contendo um esqueleto de fenantreno. A colofônia pode ser uma colofônia não modificada ou modificada. Existem várias formas de se modificar a colofônia. A colofônia pode ser parcialmente fortalecida ou esterificada. De preferência, a colofônia é um glicerol, pentaeritritol ou éster de trietileno glicol de um ácido de colofônia. A colofônia pode ser tratada com paraformaldeído na presença de ácido paratolueno sulfônico, para inibir a cristalização ou ele pode ser estabilizado através de modificação, o que envolve a transferência de átomos de hidrogênio de uma molécula de ácido abiético para outra. Isto adequadamente é executado aquecendo-se a colofônia de cerca de 100°C até cerca de 300°C na presença de um catalisador de modificação. Exemplos de catalisadores de modificação são: metais suportados ou não suportados, tais como iodetos de paládio, níquel e platina, iodetos como o iodeto de ferro, dióxido e sulfetos de enxofre, tais como o sulfeto de ferro. O catalisador é utilizado adequadamente em uma quantidade de cerca de 0,1% a cerca de 5% em peso com base na quantidade de colofônia utilizada. A colofônia modificada preparada da forma acima, de preferência, tem um teor de ácido abiético que não é maior do que cerca de 5% em peso. A colofônia parcialmente saponificada com hidróxido de sódio ou de potássio ou com uma base volátil (por exemplo, amônia ou uma amina menor, como trietanolamina) são também úteis. A dispersão de agente de pegajosidade, de acordo com a invenção, pode ser composta de qualquer das colofônias

descritas acima ou misturas das mesmas.

[00035] Quando se prepara a dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a invenção, o material resinoso, adequadamente é primeiramente fundido e o emulsificante é adicionado, adequadamente, como uma substância fundida ou que está presente em uma solução aquosa. A solução aquosa é a preferida em processos contínuos de dispersão, enquanto que a substância fundida é a preferida em processos de dispersão em batelada. O emulsificante é adicionado de forma a estar presente na dispersão de agente de pegajosidade em uma quantidade, adequadamente de cerca de 2 a cerca de 15% em peso, com base no peso do material resinoso, de preferência, de cerca de 5 a cerca de 8% em peso. Água quente suficiente, adequadamente cerca de 5 a cerca de 15% em peso, com base no peso de material resinoso, é agitada para formar uma água cremosa em emulsão oleosa. Após a diluição com água, adequadamente com uma quantidade de cerca de 10 a cerca de 35% em peso, com base no peso de material resinoso, de preferência, de cerca de 15 a cerca de 30% em peso, mais de preferência, de cerca de 20 a cerca de 25%, a emulsão é invertida para produzir um óleo estável em emulsão aquosa. A dispersão, adequadamente, é ainda mais diluída com água, até que é obtido o teor desejado de sólidos. Se requerido, emulsificantes aniônicos convencionais (tensoativos) podem ser incorporados na dispersão de agente de pegajosidade. Tais emulsificantes aniônicos típicos incluem alquil aril sulfonatos, tais como alquil benzeno sulfonatos de sódio ou de amônio, álcool sulfatos graxos, como por exemplo lauril sulfato de sódio, fosfato ésteres, como por exemplo, sais de sódio de mono- e di-ésteres de ácido ortofosfórico, ésteres de ácido sulfosuccínico, sais de sódio de monoglicerídeos sulfatados e sulfonatos ou sulfosuccinatos de condensados de alquil fenol de óxido de polioxialquilenos ou condensados de óxido de polioxialquilenos, como por exemplo, o sal de amônio do ácido nonilfenol óxido de polietileno sulfônico.

[00036] O teor de sólidos, isto é, o teor seco de material resinoso e de

emulsificante na dispersão de agente de pegajosidade, adequadamente é pelo menos cerca de 20% em peso até um teor máximo alcançável, de preferência, pelo menos cerca de 50% em peso, mais de preferência, pelo menos cerca de 55% em peso.

[00037] O diâmetro médio de partícula D_{50} do material resinoso na dispersão de agente de pegajosidade, onde D_{50} significa o diâmetro médio de partícula para a fração de 50% em peso das partículas, começando pelas partículas menores, adequadamente é de menos de cerca de 1 micron, de preferência, menos de cerca de 0,7 microns, mais de preferência, menos de cerca de 0,5 microns, mais de preferência, menos de cerca de 0,45 microns. O diâmetro médio de partícula D_{90} do material resinoso na dispersão de agente de pegajosidade, onde D_{90} significa o diâmetro médio de partícula para a fração de 90% em peso das partículas começando pelas partículas menores, adequadamente é de menos de cerca de 2 microns, de preferência, menos de cerca de 1,5 microns, mais de preferência, menos de cerca de 1 micron.

[00038] A viscosidade da dispersão de agente de pegajosidade é adequadamente adaptada ao uso específico, mas adequadamente é medida como Brookfield (fuso 3 @ 50 rpm) a 20 ° C, de cerca de 100 a cerca de 1200 mPa.s, de preferência, de cerca de 200 a cerca de 700 mPa.s, mais de preferência, de cerca de 300 a cerca de 500 mPa.s.

[00039] A dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a invenção, de preferência, tem uma estabilidade em estocagem (vida de prateleira) pelo menos de cerca de 6 meses e adequadamente não demonstrará nenhuma separação, coagulação ou deposição substancial. É também preferível que a dispersão seja de baixa espumação e que tenha uma boa estabilidade mecânica durante o bombeamento, transporte de mistura, assim como baixa espumação e boa estabilidade quando formulada em uma composição adesiva durante o revestimento da composição adesiva.

[00040] A dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a

invenção é utilizada adequadamente como um agente de pegajosidade em composições compreendendo polímeros, de preferência em composições adesivas.

[00041] A invenção se refere ainda a uma composição adesiva aquosa, compreendendo um ou mais polímeros e à dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a invenção. De preferência, a composição adesiva aquosa é uma composição adesiva sensível à pressão (PSA). A composição aquosa adesiva adequadamente é composta de cerca de 60 a cerca de 90% em peso de um látex de polímero sintético ou látex de borracha natural e de cerca de 10 a cerca de 40% em peso da dispersão de agente de pegajosidade. Polímeros adequados na composição adesiva aquosa são borrachas naturais ou sintéticas, como borracha de policloropreno, borrachas de estireno-butadieno, copolímeros em bloco SIS, copolímeros em bloco SBS, VAE (copolímeros de etileno vinil acetato), borrachas nitrificas e borrachas de poliisobutileno, polímeros de acrilato, polímeros acrílicos, tais como ésteres acrílicos e polímeros de metacrilato ou misturas dos mesmos. Os copolímeros preferidos usados na composição aquosa adesiva de acordo com a invenção são polímeros acrílicos e/ou copolímeros de éster acrílico. Outros compostos conhecidos pela pessoa adestrada na técnica poderão também ser incluídos na composição adesiva aquosa e são exemplificados por agentes umidificantes, biocidas, plastificantes, estabilizantes, antioxidantes, cargas, agentes de cor e semelhantes. As quantidades de polímeros/copolímeros e outros compostos contido nas composições adesivas não são críticas e poderão variar de forma a produzirem as propriedades preferidas da composição adesiva. Os compostos poderão estar em qualquer estado físico guiado pelo estado da composição adesiva, como dispersados em fase aquosa, líquida ou sólida.

[00042] A invenção será agora ilustrada por intermédio dos seguintes exemplos, que no entanto, não devem ser interpretados como limitando o

escopo da invenção. As partes e percentagens significam partes por peso e percentagens por peso, a não ser que seja especificado de outra forma.

[00043] Exemplo 1: 1.000 g (83% em peso) de óleo de linhaça, tendo um valor de iodo de 178 foram aquecidas a 180 ° C. 200 g (17% em peso) de anidrido maleico foram gradualmente adicionadas, a mistura da reação sendo mantida sob agitação. A mistura da reação foi então aquecida a 200 ° C e foi mantida durante 6h. O valor de ácido solúvel em água (AV[ws]) foi determinado e se $AV[ws] < 2$ mg de KOH/g, então a especificação foi considerada alcançada. Se $AV[ws] > 2$ mg de KOH/g, então a mistura da reação foi deixada reagir durante outra hora, após o que o valor de ácido solúvel em água foi outra vez verificado. O procedimento foi repetido até que a especificação foi alcançada. O valor final de ácido solúvel em água (AV[ws]) era de 1,03 mg de KOH/g, o valor de ácido (AV) era 85,3 mg de KOH/g e a viscosidade era 760 mPa.s (fuso Brookfield 3 @ 50 rpm, a 20 ° C)

[00044] Exemplo 2: 220 g (16% em peso) do produto da reação do exemplo 1 foram misturadas com 1.200 g (84% em peso) de polietileno glicol PEG 4000. A temperatura foi mantida a 250 ° C durante 20h. O valor de ácido (AV) do produto da reação era 4,6 mg de KOH/g.

[00045] Exemplo 3: O exemplo 1 foi repetido, dando um produto da reação tendo um valor final de ácido solúvel em água (AV[ws]) de 0,74 mg de KOH/g e um valor de ácido (AV) do óleo de linhaça maleatado de 84,6 mg de KOH/g. 180 g (15% em peso) deste produto da reação foram misturadas com 252 g (21% em peso) de polietileno glicol PEG 1500 e 768 g (64% em peso) de polietileno glicol PEG 4000. A temperatura foi mantida a 200 ° C durante 20h. O produto tinha um valor de ácido (AV) de 5,3 mg de KOH/g.

[00046] Exemplo 4: 216 g (18% em peso) do mesmo produto de reação do óleo de linhaça e de anidrido maleico feito no exemplo 3 foram misturadas com 984 g (82% em peso) de butóxi polietileno glicol (com peso molecular médio de 4.000 g/mol). A temperatura foi mantida a 200 ° C durante 20h. O

produto tinha um valor de ácido (AV) de 7,5 mg de KOH/g.

[00047] Exemplo 5: Uma dispersão de agente de pegajosidade foi feita aquecendo-se 600 g de éster de colofônia glicerol (ponto de amaciamento de 82,8 e um valor de ácido de 13,1 mg de KOH/g), em um recipiente a 120 ° C. Quando estava fundida, foram adicionadas 40 g de trietanolamina (TEA), enquanto se agitava a colofônia, seguido pela adição de 64 g do produto da reação do exemplo 2 e 80 g (29% em peso de solução aquosa) de um tensoativo aniônico convencional (Rhodapex AB20 da Rhodia). Foram adicionados 200 ml de água quente (90 ° C) para se obter a inversão, seguido pela adição de 400 ml de água de diluição quente (90 ° C). A dispersão foi adicionalmente diluída pela adição de 1.100 ml de água fria (30 ° C) para obter-se uma dispersão estável: o tamanho da partícula D_{50}/D_{90} , que significa o tamanho máximo de partícula para 50 e 90% em peso, respectivamente, das partículas, era de 0,38/0,49 microns, a viscosidade era 250 mPas (Brookfield, fuso 3 @ 50 rpm, 20 ° C) o teor de sólidos era de 50% em peso.

[00048] Exemplos 6 - 7: Duas dispersões de agente de pegajosidade adicionais foram feitas de acordo com o mesmo procedimento do exemplo 5, mas utilizando-se os produtos da reação dos exemplos 3 e 4, respectivamente.

[00049] Algumas propriedades das dispersões de agente de pegajosidade de acordo com os exemplos 5 - 7 são resumidas na tabela 1. É também feita uma comparação com uma dispersão de agente de pegajosidade produzida de acordo com os ensinamentos da US 5552519.

Tabela 1:

	Teor de sólidos (% em peso)	Tamanho de partícula, D_{50}/D_{90} (microns)	Viscosidade Brookfield fuso 3 @ 50 rpm, 20 ° C (mPas)
Exemplo 5	50,0	0,38/0,49	250
Exemplo 6	50,3	0,32/0,51	420
Exemplo 7	55,6	0,35/0,54	200
comparação	55,2	0,55/0,87	290

[00050] Conclui-se que as dispersões de agente de pegajosidade de acordo com a invenção atual têm tamanhos de partícula menores do que uma dispersão da técnica anterior de alto desempenho. Especialmente, no exemplo

7, teores muito elevados de sólidos são combinados com tamanhos pequenos de partículas.

[00051] Foram também feitos testes de estabilidade, tanto em termos de teste de vida de prateleira, testes de estabilidade mecânica pelo reômetro, arranjo de cone e prato e testes de estabilidade de agitação em alta velocidade. O teste do reômetro é feito medindo-se a geração de força normal em um arranjo de cone e prato. O aumento na força normal é um indicativo do início de ruptura. O teste de agitação em alta velocidade é feito por intermédio de equipamento de agitação em alta velocidade (Hamilton Beach). A mistura de teste é agitada em alta velocidade (3000 rpm) até que é formado um coágulo. O tempo de ruptura é registrado.

[00052] Também foi feito um teste de formação de espuma, como se segue: a dispersão de agente de pegajosidade é agitada em alta velocidade (3000 rpm) durante um minuto. A espuma criada é medida e é expressa como aumento relativo de volume (%) comparado com o volume inicial.

[00053] Os resultados são resumidos na tabela 2.

Tabela 2:

	Vida de prateleira	Teste de estabilidade (reologia, cone e prato)	Teste de estabilidade (mistura em alta velocidade)	Formação de espuma
Dispersão de acordo com o exemplo 5 (a invenção)	> 6 meses	> 900 s	> 20 min	50 %
Dispersão com base no emulsificante de alquil fosfato	> 6 meses	~50 s	~4 min	120 %

[00054] Conclui-se que uma dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a invenção tem estabilidade em estocagem, estabilidade sob tensão, e comportamento de espumação excelentes.

[00055] Exemplo 8: Três composições adesivas, cada uma delas composta de 25 a 30% em peso (base em peso a seco) da dispersão de agente de pegajosidade preparada no exemplo 5, foram feitas misturando-se a dispersão de agente de pegajosidade com cada um de três produtos

poliméricos diferentes com base em acrilato, respectivamente (Acronal® V215 da BASF, Robond® PS7596 da Rohm&Haas Co, e Flexcryl® 1625 da Air Products). Os adesivos são revestidos com revestimentos de liberação de silicone e então são secos a 90 ° C durante 3 minutos para obter-se o peso do revestimento, cada um deles com mais ou menos 1 g/m², antes da laminação a 80 g/m² de estoque de papel plano de face e então cobertos com papel de liberação. Os laminados foram condicionados em uma umidade relativa de 50% na temperatura ambiente (23 ° C) antes da avaliação das suas propriedades adesivas.

[00056] Três composições adesivas adicionais foram preparadas da mesma forma, mas utilizando-se uma dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a apresentação da US 5552519.

[00057] A resistência à tração (método de teste FINAT FTM-8), a pegajosidade em laço (método de teste FINAT FTM-9) quando aderido a vários substratos e destacado a 90 ° (método de teste FINAT FTM-2) foram testados em tiras de 25 mm das amostras adesivas.

[00058] Os resultados são resumidos na tabela 3.

Tabela 3:

Amostra	Polímero	Quantidade de agente de pegajosidade (% em peso)	Resistência à tração (h)	Pegajosidade em laço			Destacado a 90°	
				Aço (N)	hdpe (N)	Cartão (N)	hdpe (N)	cartão (N)
1 (a invenção)	Acronal® V215	30	14	17,0	12,5	5,4	5,5	4,0
2 (comparativo)	Acronal® V215	30	11	15,5	9,9	5,7	5,4	4,3
3 (a invenção)	Robond™ PS7596	30	8	18,7	14,5	7,4	6,6	4,1
4 (comparativo)	Robond™ PS7596	30	5	19,8	14,9	7,6	6,7	4,6
5 (a invenção)	Flexcryl® 1625	25	39	-	-	-	-	-
6 (comparativo)	Flexcryl® 1625	25	19	-	-	-	-	-

[00059] Conclui-se que uma composição adesiva composta da dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a invenção atual tem uma coesão melhor (medida como estabilidade sob tração) do que uma

composição adesiva composta da dispersão de agente de pegajosidade de referência. Os resultados da adesão (medido como Pegajosidade em laço e adesão do destacamento) são um equivalente médio da dispersão de agente de pegajosidade de referência de alto desempenho.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de um emulsificante, caracterizado pelo fato de que compreende:

a) o fornecimento de um éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas ligações duplas conjugadas;

b) a reação do éster com um dienófilo contendo um grupo ácido ou anidrido para formar um produto intermediário A; e

c) a reação do produto intermediário A com um ou mais polialquilenos glicóis tendo um peso molecular médio, determinado pela análise do número de hidroxilas, de 1000 a 8000.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da relação em peso entre o produto intermediário A e um ou mais polialquilenos glicóis, com base na quantidade total do produto intermediário A e um ou mais polialquilenos glicóis, ser de 0,05:1 a 5:1.

3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, caracterizado pelo fato da relação em peso entre o éster e um ou mais ácidos graxos e o dienófilo, ser menor do que de 25:1.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato da relação em peso entre o éster de um ou mais ácidos graxos e o dienófilo ser de 1:1 a 8:1.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato do éster de um ou mais ácidos graxos ter um número de iodo maior do que 60.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato do éster de um ou mais ácidos graxos ter um número de iodo maior do que 140.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato do éster de um ou mais ácidos graxos ser um triglicerídeo de um ou mais ácidos graxos.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato do triglicerídeo ser óleo de linhaça, óleo de soja ou óleo de girassol.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato do dienófilo ser um ácido ou anidrido carboxílico alfa-beta etilenicamente insaturado.

10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato do dienófilo ser ácido maleico, anidrido maleico ou ácido fumárico.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de um ou mais polialquilenos glicóis serem polialquilenos glicóis C₂-C₅ ou mono alquil éteres de polialquilenos glicóis C₂-C₅.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de um ou mais polialquilenos glicóis serem uma mistura de polialquilenos glicóis tendo um peso molecular médio determinado pela análise do número de hidroxilas, de 500 a 2500, com um polialquilenos glicóis tendo um peso molecular médio de 3000 a 5000.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de pelo menos um dos um ou mais polialquilenos glicóis serem um polietileno glicol.

14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de pelo menos um dos um ou mais polialquilenos glicóis serem um metóxi polietileno glicol ou um butóxi polietileno glicol.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato do produto intermediário A ter um número de iodo de 0 a 100 g de iodo por 100 g de A.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato do emulsificante ter um número de iodo de 0 a 20 g de iodo por 100 g de emulsificante.

17. Emulsificante, caracterizado pelo fato de ser obtenível

através de um processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 16.

18. Dispersão de agente de pegajosidade, caracterizada pelo fato de compreender um material resinoso e um emulsificante como definido na reivindicação 17.

19. Dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a reivindicação 18, caracterizada pelo fato do material resinoso ser uma resina de hidrocarbonetos ou uma colofônia, ou uma mistura das mesmas.

20. Dispersão de agente de pegajosidade de acordo com a reivindicação 19, caracterizada pelo fato do material resinoso ser uma colofônia.

21. Dispersão de agente de pegajosidade de acordo com qualquer uma das reivindicações de 18 a 20, caracterizada pelo fato do emulsificante estar presente em uma quantidade de 5 a 8% em peso, com base no peso do material resinoso.

22. Dispersão de agente de pegajosidade de acordo com qualquer uma das reivindicações 18 a 21, caracterizada pelo fato do teor de sólidos ser pelo menos de 50% em peso.

23. Dispersão de agente de pegajosidade de acordo com qualquer uma das reivindicações 18 a 22, caracterizada pelo fato de ser composta de um emulsificante aniônico.

24. Processo para a produção de uma dispersão de agente de pegajosidade, caracterizado pelo fato de compreender a dispersão de um material resinoso em uma fase aquosa na presença de um emulsificante como definido na reivindicação 17.

25. Uso de um emulsificante como definido na reivindicação 17, caracterizado pelo fato de ser para emulsificar um material resinoso, o dito emulsificante sendo obtível através de um método composto de:

a) fornecimento de um éster de um ou mais ácidos graxos

contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas;

b) reação do éster com um dienófilo contendo um grupo ácido ou anidrido para formar um produto intermediário A; e

c) reação do produto intermediário A com um ou mais polialquilenos glicóis.

26. Uso de um emulsificante como definido na reivindicação 17, caracterizado pelo fato de ser para emulsificar um material resinoso.

27. Composição adesiva, caracterizada pelo fato de ser composta por um ou mais polímeros e por uma dispersão de agente de pegajosidade como definida em qualquer uma das reivindicações 18 a 23.

28. Composição adesiva de acordo com a reivindicação 27, caracterizada pelo fato de ser composta por de 60 a 90% em peso de um polímero sintético ou látex de borracha natural, e por de 10 a 40% em peso de uma dispersão de agente de pegajosidade como definida em qualquer uma das reivindicações 18-23.

29. Composição adesiva de acordo com qualquer uma das reivindicações 27 a 28, caracterizada pelo fato de ser uma composição adesiva aquosa sensível a pressão.

RESUMO

“PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM EMULSIFICANTE, EMULSIFICANTE, DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UMA DISPERSÃO DE AGENTE DE PEGAJOSIDADE, USO DE UM EMULSIFICANTE, E, COMPOSIÇÃO ADESIVA”

A invenção refere-se a uma dispersão de agente de pegajosidade, compreendendo um material resinoso e um emulsificante, o emulsificante sendo obténível através de um método composto do fornecimento de um éster de um ou mais ácidos graxos contendo pelo menos duas duplas ligações conjugadas, a reação do éster com um dienófilo contendo um ácido ou um grupo anidrido, para formar um produto intermediário A, e a reação do produto intermediário A com um ou mais polialquilenos glicóis. A invenção também se refere a um método para a produção de uma dispersão de agente de pegajosidade, ao seu uso como agente de pegajosidade e a uma composição adesiva composta da dispersão de agente de pegajosidade. A invenção se refere ainda a um emulsificante, a um método para a produção do mesmo e ao seu uso para materiais emulsificantes resinosos.