



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

(11) PI 0620709-0 B1

(22) Data do Depósito: 04/12/2006

(45) Data de Concessão: 03/01/2017



(54) Título: CARPETE, MÉTODO PARA PRODUZIR UM CARPETE E ARTIGO

(51) Int.Cl.: D06N 7/00; C09D 123/02; C09J 123/02; C08J 9/30

(30) Prioridade Unionista: 15/12/2005 US 11/300,807

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

(72) Inventor(es): RONALD WEVERS; JAMES G. KENNEDY; AARON M. BUJNOWSKI; BRAD M. MONCLA; WENBIN LIANG

"CARPETE, MÉTODO PARA PRODUIR UM CARPETE E ARTIGO"

Antecedentes da invenção

Campo da invenção

[0001] A presente invenção relaciona-se geralmente com dispersões aquosas que incluem uma carga. Mais especificamente, a presente invenção relaciona-se com dispersões que são úteis na indústria de carpetes.

Técnica anterior

[0002] Métodos e técnicas para a construção de carpete são conhecidos na arte. Uma variedade de tipos de carpetes existem incluindo carpetes tufados e não tufados. Carpetes tufados são estruturas compostas que incluem fio (conhecido como feixe de fibras), um material de forro primário tendo uma superfície de face e uma superfície posterior, um material de forro adesivo e, opcionalmente, um material de forro secundário.

[0003] Tipicamente, para formar as superfícies de face de um carpete tufado, fio é tufado através do material de suporte primário tal que o comprimento mais longo de cada pesponto se estenda através da superfície de face do material de forro primário. Tipicamente, o material de forro primário é feito de um material trançado ou não trançado tal como um polímero termoplástico, o mais comumente polipropileno.

[0004] A face de um carpete tufado é geralmente fabricada usando um de três métodos. Primeiro, para um carpete de felpa em loop [boucle], os loops de fios formados no processo de tufamento são deixados intactos. Segundo, para um carpete de felpa cortada, os loops de fios são cortados, ou durante o tufamento ou depois, para produzir uma felpa de extremidades de fios ao invés de loops. Terceiro, alguns estilos de

carpetes incluem tanto felpa em loop quanto cortada. Uma variedade deste híbrido é referida como carpete de pontas tosadas onde loops de diferentes comprimentos são tufado seguido por tosar o carpete em uma altura de modo a produzir um misto de loops não cortados, parcialmente cortados, e completamente cortados. Alternativamente, a máquina de tufar pode ser configurada de modo a cortar somente alguns dos loops, deixando dessa forma um padrão de loops cortados e não cortados. Seja de loop, cortado, ou um híbrido, o fio no lado posterior do material de forro primário tipicamente compreende loops não estendidos, apertados.

[0005] A combinação de fio tufado e um material de forro primário sem a aplicação de um material de forro adesivo ou um material de forro secundário é referida na indústria de carpetes como carpete tufado bruto ou produto natural. Os produtos naturais se tornam carpete tufado acabado com a aplicação de um material de forro adesivo e um material de forro secundário opcional ao lado posterior do material de forro primário. Carpete tufado acabado pode ser preparado como carpete de teares largos em rolos tipicamente de ~2 ou ~4 metros (6 ou 12 pés) de largura. Alternativamente, o carpete pode ser preparado como lajotas de carpete, tipicamente quadradas de 50 cm (18 polegadas) a quadrados de 1,3 m (4 pés).

[0006] O material de forro adesivo é tipicamente aplicado à face posterior do material de forro primário para fixar os fios ao material de forro primário. Em um método, o material de forro adesivo é aplicado por um aplicador de panela usando um rolete, um rolo sobre um rolete ou um berço, ou uma lâmina (também conhecido como lâmina niveladora) sobre um rolete ou

um berço. Quando aplicado corretamente, o material de forro adesivo não passa pelo material de forro primário.

[0007] O material de forro adesivo pode ser aplicado como um único revestimento ou camada ou como uma camada múltipla. A extensão ou tenacidade com a qual o fio é fixado é referida como "trava de tufo" ou resistência de ligação de tufo. Carpetes com trava de tufo suficiente exibem boa resistência ao desgaste e, como tal, têm vidas úteis mais longas. Para ter boas características de performance, o material de forro adesivo deve substancialmente penetrar o fio (feixe de fibras) exposto no lado posterior do material de forro primário e deve substancialmente consolidar as fibras individuais dentro do fio. A boa penetração do fio e consolidação das fibras leva a boa resistência à abrasão. Além disso, em adição a boa resistência de ligação de tufo e resistência à abrasão, o material adesivo preferivelmente impõe ou permite boa flexibilidade ao carpete para facilitar a instalação do carpete.

[0008] O material de forro secundário é tipicamente um forro de peso leve produzido de material trançado ou não trançado tal como um polímero termoplástico, o mais comumente polipropileno. O material de forro secundário é opcionalmente aplicado ao lado posterior do carpete sobre o material de forro adesivo, primariamente para prover estabilidade dimensional reforçada à estrutura do carpete bem como para prover mais área superficial para a aplicação de adesivos de colagem direta.

[0009] Materiais de forro alternativos podem incluir acolchoamento de espuma (p.ex. poliuretano espumado) e adesivos de contato para piso. Materiais de forro

alternativos também podem ser aplicados, por exemplo, como borda de carpete com área superficial intensificada, para facilitar instalações por adesivo de colagem direta (p.ex., em carpetagem comercial por contrato, carpete de automóvel e carpete de avião onde a necessidade de acolchoamento é muitas vezes mínima). Materiais de forro alternativos também podem ser opcionalmente aplicados para reforçar a proteção de barreira com relação à umidade, insetos, e produtos alimentícios, bem como para prover ou intensificar a supressão de fogo, isolamento térmica, e propriedades de abafamento de som do carpete.

[0010] Os materiais de forro adesivos conhecidos incluem sistemas de látex curável, uretano ou vinila, com sistemas de látex sendo os mais comuns. Os sistemas de látex convencionais são composições aquosas de baixa viscosidade que podem ser aplicadas em altas taxas de produção de carpete e oferecem boa adesão de forro à fibra, resistência de ligação de tufo e flexibilidade adequada. Geralmente, o excesso de água é removido e o látex é curado passando por um forno de secagem. Borrachas de estireno butadieno (SBR) são os polímeros os mais comuns usados para materiais de forro adesivos de látex. Tipicamente, o sistema de forro de látex é fortemente carregado com uma carga inorgânica tal como carbonato de cálcio ou trihidrato de alumínio e inclui outros ingredientes tais como antioxidantes, antimicrobianos, retardantes de chama, supressores de fumaça, agentes umectantes, e auxiliares de espuma.

[0011] Sistemas de forros adesivos de látex convencionais podem ter certas desvantagens. Como uma desvantagem importante, os sistemas de forros adesivos de látex típicos

não provêem uma barreira contra umidade. Uma outra desvantagem possível, particularmente com um carpete tendo fio de polipropileno e materiais de forro primário e secundário de polipropileno, é que o polímero dissimilar de sistemas de látex junto com a carga inorgânica pode reduzir a reciclabilidade do carpete. Adicionalmente, os altos pesos moleculares de sistemas de látex podem reduzir significativamente a reciclabilidade.

[0012] Em vista destas desvantagens, alguns na indústria de carpetes começaram a procurar substituições adequadas para sistemas de forros adesivos de látex convencionais. Em adição a prover adesão adequada para consolidar o carpete, forros de uretano geralmente exibem boas propriedades de flexibilidade e de barreira e, quando espumados, podem eliminar a necessidade de colocação por baixo de chumaços separados (isto é, podem constituir um sistema de forro unitário de colagem direta). Entretanto, os sistemas de forro de uretano também têm importantes desvantagens, incluindo seu custo relativamente alto e requisitos de cura exigentes que necessitam a aplicação em baixas taxas de produção de carpete em relação aos sistemas de látex.

[0013] Poliolefinas termoplásticas tais como copolímeros de etileno acetato de vinila (EVA) e polietileno de baixa densidade (PEBD) também foram sugeridos como materiais de forros adesivos devido em parte a seus baixos custos, boa estabilidade quanto à umidade e nenhum requisito de cura. Vários métodos estão disponíveis para aplicar materiais de forros de poliolefinas incluindo revestimento em pó, aplicação de termofundível, e película extrudada ou laminação de folha. Entretanto, usar poliolefinas para substituir

forros adesivos de látex também pode apresentar dificuldades. Por exemplo, a patente U.S. 5.240.530, Tabela A na coluna 10, indica que resinas de poliolefina ordinárias possuem adesão inadequada para uso em construção de carpete. Adicionalmente, em relação a látex e outros sistemas curados, as poliolefinas ordinárias têm viscosidades de aplicação relativamente altas e requisitos térmicos relativamente altos. Isto é, as poliolefinas termoplásticas ordinárias são caracterizadas por viscosidades de fundido relativamente altas e altas temperaturas de recristalização ou de solidificação em relação às típicas viscosidades aquosas e requisitos de temperatura de cura característicos de sistemas de látex e ouros curados (termofixos).

[0014] Mesmo as poliolefinas elastoméricas ordinárias, isto é, as poliolefinas tendo baixas cristalinidades, geralmente têm viscosidades relativamente altas e temperaturas de recristalização relativamente altas. As temperaturas de recristalização altas resultam em tempos fundidos relativamente curtos durante o processamento e, quando combinadas com altas viscosidades de fundido, podem tornar difícil conseguir penetração adequada do fio, especialmente em taxas convencionais de aplicação de forro adesivo.

[0015] Um método para superar as deficiências de viscosidade e recristalização de poliolefinas ordinárias é formular a resina de poliolefina como um adesivo termofundível. Tal método usualmente envolve formular poliolefinas de baixo peso molecular com ceras, agentes de pega, vários modificadores de fluxo e/ou outros materiais elastoméricos. Copolímeros de etileno/acetato de vinila

(EVA), por exemplo, tendo sido usados em composições de forro de adesivo termofundível formuladas e outras composições de poliolefinas também foram propostos para uso em composições de forro termofundível. Por exemplo, na patente U.S. nº 3.982.051, Taft e outros divulgam que uma composição compreendendo um copolímero de etileno/acetato de vinila (EVA), e borracha vulcanizada é útil como um adesivo termofundível de forro de carpete.

[0016] Infelizmente, sistemas adesivos termofundíveis não são geralmente considerados a ser substituições completas para forros adesivos de látex convencionais. Os sistemas termofundíveis típicos de EVA e outros copolímeros de etileno e comonômeros insaturados podem requerer esforço considerável na formulação e freqüentemente produzem resistências de ligação de tufo inadequadas. Adicionalmente, eles requerem a compra de capital novo uma vez que eles não podem funcionar em sistemas habilitados para látex. Entretanto, a deficiência a mais significativa de sistemas termofundíveis típicos são suas resistências de fundido, que são geralmente muito baixas para permitir a aplicação por uma técnica de revestimento por extrusão direta. Como tal, sistemas termofundíveis de poliolefina são tipicamente aplicados a forros primários por técnicas menos eficientes, relativamente lentas, tais como usando lâminas niveladoras aquecidas ou roletes rotativos de transferência de fundido.

[0017] Embora polietileno de baixa densidade (PEBD) de alta pressão não formulado possa ser aplicado por uma técnica convencional de revestimento por extrusão, as resinas de PEBD tipicamente têm baixa flexibilidade, o que pode resultar em rigidez excessiva do carpete. Por outro lado, aquelas

poliolefinas que têm flexibilidade melhorada, tal como polietileno de ultra baixa densidade (PEUBD) e interpolímeros de etileno/propileno, ainda não possuem flexibilidade suficiente, têm resistências de fundido relativamente baixas, e/ou tendem a ressonar por estiramento durante o revestimento por extrusão. Para superar as dificuldades de revestimento por extrusão, as poliolefinas ordinárias com flexibilidade suficiente podem ser aplicadas por técnicas de laminação para garantir adesão adequada de fio a forro; entretanto, as técnicas de laminação são tipicamente caras e podem resultar em taxas de produção reduzidas em relação a técnicas de revestimento por extrusão direta.

[0018] Exemplos conhecidos de materiais de forro de poliolefina flexível são divulgados nas patentes U.S. n^{os} 3.390.035; 3.583.936; 3.745.054; e 3.914.489. Em geral, estas divulgações descrevem composições de forro de adesivo termofundível baseadas em um copolímero de etileno, tal como etileno/acetato de vinila (EVA), e ceras. As técnicas conhecidas para reforçar a penetração de composições de forro de adesivo termofundível no fio incluem aplicar pressão enquanto o produto natural está em contato com os roletes rotativos de transferência de fundido como descrito, por exemplo, na patente U.S. n^o 3.551.231.

[0019] Uma outra técnica conhecida para intensificar a eficiência de sistemas termofundíveis envolve usar sistemas de pré-revestimento. Por exemplo, as patentes U.S. n^{os} 3.684.600; 3.583.936; e 3.745.054, descrevem a aplicação de pré-revestimentos aquosos de baixa viscosidade à superfície posterior de um material de forro primário antes da aplicação de uma composição de adesivo termofundível. Os sistemas de

forro de adesivo termofundível divulgados nestas patentes são derivados de formulações multicomponente baseadas em polímeros com funcionalidade de etileno tais como, copolímeros de etileno/acrilato de etila (EEA) e etileno/acetato de vinila (EVA).

[0020] Um outro método da técnica anterior para fabricar carpete é divulgado na publicação PCT nº 98/38376, a qual divulga uma técnica de revestimento por extrusão que usa um polímero de etileno linear homogeneamente ramificado como um material de forro. Aquele pedido de patente divulga usar tamanhos de partículas na faixa de 18 a 22 microns e formular uma partícula em pasta de água.

[0021] Embora existam vários sistemas conhecidos na técnica de forros de carpete, permanece uma necessidade de um sistema de forro de carpete de poliolefina termoplástica, que forneça resistência adequada de ligação de tufo, boa resistência à abrasão e boa flexibilidade, para substituir sistemas de forro de látex curado. Uma necessidade também persiste de um método de aplicação que permita altas taxas de produção de carpete enquanto alcançando as características desejadas de boa resistência de ligação de tufo, resistência à abrasão, propriedades de barreira e flexibilidade. Finalmente, também existe uma necessidade de uma estrutura de carpete tendo fibras e materiais de forro que sejam facilmente recicláveis sem a necessidade de manuseio e segregação extensiva de materiais de componentes de carpete.

Sumário da invenção

[0022] Em um aspecto, a presente invenção relaciona-se com um composto incluindo (A) pelo menos um polímero base selecionado do grupo consistindo de um copolímero baseado em

etileno e um copolímero baseado em propileno; (B) pelo menos um agente estabilizante polimérico; e pelo menos uma carga; sendo que o agente estabilizante polimérico é diferente do pelo menos um polímero base e é compatível com o pelo menos um polímero base e a pelo menos uma carga, e sendo que a dispersão tem carga na faixa de maior que 0 a cerca de 600 partes por centena de partes de uma quantidade combinada do pelo menos um polímero base e o agente estabilizante polimérico.

[0023] Em um aspecto, a presente invenção relaciona-se com um método para aplicar um composto a um substrato que inclui formar uma dispersão aquosa, a dispersão aquosa incluindo (A) pelo menos um polímero base selecionado do grupo consistindo de um copolímero baseado em etileno e um copolímero baseado em propileno; (B) pelo menos um agente estabilizante polimérico; e pelo menos uma carga; sendo que o agente estabilizante polimérico é diferente do pelo menos um polímero base e é compatível com o pelo menos um polímero base e a pelo menos uma carga, e sendo que dispersão tem carga na faixa de maior que 0 a cerca de 600 partes por centena de partes de uma quantidade combinada do pelo menos um polímero base e o agente estabilizante polimérico; espumar a mistura com um gás; e aplicar a mistura espumada a um substrato.

[0024] Outros aspectos e vantagens da invenção serão aparentes a partir da descrição seguinte e das reivindicações anexas.

Descrição resumida dos desenhos

[0025] A figura 1 mostra uma extrusora que pode ser usada para formular dispersões de acordo com as configurações da

presente invenção;

[0026] A figura 2 mostra um diagrama de fluxo ilustrando um método de acordo com uma configuração da presente invenção; e

[0027] A figura 3 mostra uma comparação de configurações da presente invenção com composições da técnica anterior.

Descrição detalhada

[0028] As configurações da presente invenção se relacionam com composições que incluem um polímero base, um agente estabilizante, e uma carga. As composições assim formadas são particularmente úteis na indústria de carpetes. Com relação à indústria de carpetes, as configurações da presente invenção são úteis para carpetes agulhados, de tecedura, e/ou tufados, incluindo gramado artificial. Adicionalmente, terminologia específica usada em relação à indústria de carpetes é pretendida a ser interpretada de acordo com o Dictionary of Fibers and Textile Technology [Dicionário de tecnologia de fibras e têxtil], Product/Technical Communications Services IZ 503, Hoescht Celanese Corporation, Charlotte, Carolina do Norte 1990.

[0029] Resumidamente, como usado aqui, o termo agulhado se refere ao processo para converter algodão inferior ou tramas de fibras soltas em um tecido não trançado coerente em um tear de agulhas. A tecedura se refere ao método ou processo de entrelaçar dois fios tal que eles se cruzem para produzir tecido trançado. Os fios de urdidura, ou pontas, correm no sentido do comprimento no tecido e os fios de enchimento (trama) ou picadas, correm de lado a lado. Finalmente, como usado aqui, o tufamento se refere ao processo para produzir tecido de carpete costurando um fio de felpa através de um

tecido de forro primário usando agulhas para formar fileiras de tufos.

Polímeros base

[0030] As configurações da presente invenção empregam polímeros baseados em polietileno, polímeros baseados em polipropileno, e copolímeros de propileno-etileno como um componente de uma composição.

[0031] Em configurações selecionadas, um componente é formado de copolímeros de etileno-alfa olefina ou copolímeros de propileno-alfa olefina. Em particular, em configurações preferidas, o polímero base compreende uma ou mais poliolefinas não polares.

[0032] Em configurações específicas, as poliolefinas tais como polipropileno, polietileno, e copolímeros das mesmas, e misturas das mesmas, bem como terpolímeros de etileno-propileno-dieno podem ser usadas. Em algumas configurações, os polímeros olefínicos preferidos incluem os polímeros homogêneos descritos na patente U.S. nº 3.645.992 emitida para Elston; polietileno de alta densidade (PEAD) como descrito na patente U.S. nº 4.076.698 emitida para Anderson; polietileno de baixa densidade linear (PEBDL) heterogeneamente ramificado; polietileno de ultra baixa densidade (PEUBD) heterogeneamente ramificado; copolímeros de etileno/alfa-olefina homogeneamente ramificados; polímeros de etileno/alfa-olefina substancialmente lineares homogeneamente ramificados, que podem ser preparados, por exemplo, por um processo divulgado nas patentes U.S. nºs 5.272.236 e 5.278.272, as divulgações das quais são incorporadas aqui por referência; e polímeros e copolímeros de etileno polimerizados com radicais livres tais como polietileno de

baixa densidade (PEBD).

[0033] As composições poliméricas descritas nas patentes U.S. n^{os} 6.538.070, 6.566.446, 5.869.575, 6.448.341, 5.677.383, 6.316.549, 6.111.023, ou 5.844.045, cada uma das quais é incorporada aqui por referência em sua totalidade, também são adequadas em algumas configurações. Claro, as misturas de polímeros também podem ser usadas. Em algumas configurações, as misturas incluem dois ou mais polímeros Ziegler-Natta diferentes. Em outras configurações, as misturas podem incluir misturas de um polímero Ziegler-Natta e um metaloceno. Em ainda outras configurações, o polímero usado aqui é uma mistura de dois polímeros de metaloceno diferentes. Em outras configurações catalisadores de sítio único podem ser usados.

[0034] Em algumas configurações particulares, o polímero é um copolímero ou interpolímero baseado em propileno. Em algumas configurações, o copolímero ou interpolímero de propileno/etileno é caracterizado por ter seqüências de propileno substancialmente isotáticas. O termo "seqüências de propileno substancialmente isotáticas" e termos similares significam que as seqüências têm uma tríade isotática (mm) medida por RMN ¹³C maior que cerca de 0,85, preferivelmente maior que cerca de 0,90, mais preferivelmente maior que cerca de 0,92 e o mais preferivelmente maior que cerca de 0,93. As tríades isotáticas são bem conhecidas na técnica e são descritas em, por exemplo, a patente U.S. n^o 5.504.172 e WO 00/01745, que se referem à seqüência isotática em termos de uma unidade de tríade na cadeia molecular do copolímero determinada por espectro de RMN ¹³C.

[0035] Em outras configurações particulares, o polímero

base pode ser polímeros baseados em etileno acetato de vinila (EVA).

[0036] Em outras configurações selecionadas, copolímeros em blocos de olefinas, p.ex., copolímero multibloco de etileno, tais como aqueles descritos na Publicação Internacional nº WO2005/090427 e pedido de patente U.S. série nº 11/376.835 podem ser usados como o polímero base. Tal copolímero em blocos de olefina pode ser um interpolímero de etileno/ α -olefina:

(a) tendo uma Mw/Mn de cerca de 1,7 a 3,5, pelo menos um ponto de fusão, T_m , em graus Celsius, e uma densidade, d , em gramas/centímetros cúbicos, sendo que os valores numéricos de T_m e d correspondem ao relacionamento:

$$T_m > -2002,9 + 4538,5 (d) - 2422,2 (d)^2; \text{ ou}$$

(b) tendo uma Mw/Mn de cerca de 1,7 a cerca de 3,5, e sendo caracterizado por um calor de fusão, ΔH em J/g, e um delta quantidade, ΔT , em graus Celsius definido como a diferença de temperaturas entre o pico de DSC mais alto e o pico de CRYSTAF mais alto, sendo que os valores numéricos de ΔT e ΔH têm os seguintes relacionamentos:

$$\Delta T > -0,1299 (\Delta H) + 62,81 \text{ para } \Delta H \text{ maior que zero e até } 130$$

$$\text{J/g,}$$

$$\Delta T \geq 48^\circ\text{C para } \Delta H \text{ maior que } 130 \text{ J/g,}$$

sendo que o pico de CRYSTAF é determinado usando pelo menos 5 por cento do polímero acumulativo, e se menos que 5 por cento do polímero tiverem um pico de CRYSTAF identificável, então a temperatura de CRYSTAF é 30°C ; ou

(c) sendo caracterizado por uma recuperação elástica, R_e , em porcentagem em sollicitação de 300 por cento e 1 ciclo medido com uma película moldada por compressão do interpolímero de

etileno/ α -olefina, e tendo uma densidade, d , em gramas/centímetros cúbicos, sendo que os valores numéricos de Re e d satisfazem o seguinte relacionamento quando o interpolímero de etileno/ α -olefina está substancialmente livre de uma fase reticulada:

$$Re > 1481 - 1629(d); \text{ ou}$$

(d) tendo uma fração molecular que elui entre 40°C e 130°C quando fracionada usando TREF, caracterizado pelo fato de a fração ter um teor molar de comonômero de pelo menos 5 por cento mais alto que aquele de uma fração de interpolímero de etileno randômico comparável eluindo entre as mesmas temperaturas, sendo que o citado interpolímero de etileno randômico tem o(s) mesmo(s) comonômero(s) e tem um índice de fundido, densidade, e teor molar de comonômero (baseado no polímero completo) dentro de 10 por cento daquele do interpolímero de etileno/ α -olefina; ou

(e) tendo um módulo de armazenagem a 25°C, $G' (25^\circ\text{C})$, e um módulo de armazenagem a 100°C, $G' (100^\circ\text{C})$, sendo que a razão de $G' (25^\circ\text{C})$ para $G' (100^\circ\text{C})$ está na faixa de cerca de 1:1 a cerca de 9:1.

O interpolímero de etileno/ α -olefina também pode:

(a) ter uma fração molecular que elui entre 40°C e 130°C quando fracionado usando TREF, caracterizado pelo fato de a fração ter um índice de blocos de pelo menos 0,5 e até cerca de 1 e uma distribuição de peso molecular, M_w/M_n , maior que cerca de 1,3; ou

(b) ter um índice de blocos médio maior que zero e até cerca de 1,0 e uma distribuição de peso molecular, M_w/M_n , maior que cerca de 1,3.

[0037] Aqueles tendo experiência ordinária na técnica

reconhecerão que a lista acima é uma listagem não compreensiva de polímeros adequados. Será apreciado que o escopo da presente invenção é restringido somente pelas reivindicações.

Agente estabilizante

[0038] As configurações da presente invenção usam um agente estabilizante. Em configurações selecionadas, o agente estabilizante pode ser um tensoativo, um polímero (diferente do polímero base detalhado acima) tendo um grupo polar como ou um comonômero ou monômero enxertado, ou misturas dos mesmos. Em configurações preferidas, o agente estabilizante compreende uma ou mais poliolefinas polares. Os polímeros típicos incluem copolímeros de etileno-ácido acrílico (EAA) e etileno-ácido metacrílico, tais como aqueles disponíveis sob as marcas comerciais PRIMACOR®, Nucrel®, e Escor® e descritos nas patentes U.S. nºs 4.599.392, 4.988.781, e 5.938.437, cada uma das quais é incorporada aqui por referência em sua totalidade. Outros polímeros incluem copolímero de etileno acrilato de etila (EEA), etileno metacrilato de metila (EMMA), e etileno acrilato de butila (EBA). Aqueles tendo experiência ordinária na técnica reconhecerão que um número de outros polímeros úteis também podem ser usados.

[0039] Se o grupo polar do polímero é de natureza ácida ou básica, o polímero estabilizante pode ser parcialmente ou totalmente neutralizado com um agente neutralizante para formar o sal correspondente. Por exemplo, para EAA, o agente neutralizante é uma base, tal como hidróxido de amônio ou hidróxido de potássio, por exemplo. Em uma outra alternativa, o agente neutralizante pode, por exemplo, ser qualquer amina tal como monoetanolamina, ou 2-amino-2-metil-1-propanol

(AMP). Aqueles tendo experiência ordinária na técnica apreciarão que a seleção de um agente neutralizante apropriado depende da composição específica formulada, e que tal escolha está dentro do conhecimento daqueles experientes na técnica.

[0040] Tensoativos adicionais que podem ser úteis na prática da presente invenção incluem tensoativos catiônicos, tensoativos aniônicos, ou tensoativos não iônicos. Exemplos de tensoativos aniônicos incluem sulfonatos, carboxilatos, e fosfatos. Exemplos de tensoativos catiônicos incluem aminas quaternárias. Exemplos de tensoativos não iônicos incluem copolímeros em blocos contendo óxido de etileno e tensoativos de silicone. Os tensoativos úteis na prática da presente invenção podem ser ou tensoativos externos ou tensoativos internos. Os tensoativos externos são tensoativos que não se tornam quimicamente reagidos no polímero durante a preparação da dispersão. Exemplos de tensoativos externos úteis aqui incluem sais de ácido dodecil benzeno sulfônico e sal de ácido lauril sulfônico. Os tensoativos internos são tensoativos que se tornam quimicamente reagidos no polímero durante a preparação da dispersão. Um exemplo de um tensoativo interno útil aqui inclui ácido 2,2-dimetilol propiônico e seus sais.

Cargas

[0041] As configurações da presente invenção empregam uma carga como parte da composição. Na prática da presente invenção, um carregamento adequado de carga em uma dispersão de poliolefina pode ser de cerca de 0 a cerca de 600 partes de carga por centena de partes de poliolefina. O material da carga pode incluir cargas convencionais tais como vidro

moído, carbonato de cálcio, trihidrato de alumínio, talco, bentonita, trióxido de antimônio, caulim, poeira de cinzas, ou outras cargas conhecidas.

Formulações

[0042] Em formulações preferidas, portanto, os compostos de acordo com a presente invenção podem incluir um polímero base, o qual compreende uma ou mais poliolefinas não polares, um agente estabilizante, o qual compreende uma ou mais poliolefinas não polares, e uma carga. Com relação ao polímero base e ao agente estabilizante, em configurações preferidas, a uma ou mais poliolefinas não polares pode compreender entre cerca de 30% a 99% (em peso) da quantidade total do polímero base e agente estabilizante na composição. Mais preferivelmente, a uma ou mais poliolefinas não polares compreendem entre cerca de 50% e cerca de 80%. Ainda mais preferivelmente, a uma ou mais poliolefinas não polares compreendem cerca de 70%.

[0043] Com relação à carga, tipicamente uma quantidade maior que cerca de 0 a cerca de 1000 partes por centena do polímero (polímero significando aqui a poliolefina não polar combinada com o agente estabilizante) é usada. Em configurações selecionadas, entre cerca de 50 a 250 partes por centena são usadas. Em configurações selecionadas, entre cerca de 10 a 500 partes por centena são usadas. Em ainda outras configurações, de entre cerca de 20 a 400 partes por centena são usadas.

[0044] Estes materiais sólidos são preferivelmente dispersados em um meio líquido, o qual nas configurações preferidas é água. Em configurações preferidas, base suficiente é adicionada para neutralizar a dispersão

resultante para conseguir uma faixa de pH entre cerca de 6 a cerca de 14. Em configurações preferidas, base suficiente é adicionada para manter um pH de entre cerca de 9 a cerca de 12. O teor de água da dispersão é preferivelmente controlado tal que o teor de sólidos esteja entre cerca de 1% a cerca de 74% (em volume). Em uma outra configuração, o teor de sólidos está entre cerca de 25% a cerca de 74% (em volume). Em configurações particularmente preferidas, a faixa de sólidos está entre cerca de 30% a cerca de 50% (sem carga, em peso).

[0045] As dispersões formadas de acordo com configurações da presente invenção são caracterizadas por ter um tamanho médio de partícula entre cerca de 0,3 a cerca de 3,0 microns. Em outras configurações, as dispersões têm um tamanho médio de partícula de cerca de 0,8 μm a cerca de 1,2 μm . Por "tamanho médio de partícula", a presente invenção pretende o tamanho médio de partícula em volume. Para medir o tamanho de partícula, técnicas de difração a laser podem ser empregadas por exemplo. Um tamanho de partícula nesta descrição se refere ao diâmetro do polímero na dispersão. Para partículas poliméricas que não são esféricas, o diâmetro da partícula é a média dos eixos longo e curto da partícula. Os tamanhos de partícula podem ser medidos em um analisador de tamanho de partícula por difração a laser Beckman-Couter LS230 ou outro dispositivo adequado.

[0046] Por exemplo, uma formulação da presente invenção pode incluir tensoativos, agentes de espumação, dispersantes, retardantes de chama, pigmentos, agentes antiestática, fibras de reforço, antioxidantes, um agente neutralizante, um modificador de reologia, preservativos, biocidas, expulsos de ácido, um agente umectante, e similares. Embora opcionais

para propósitos da presente invenção, outros componentes podem ser altamente vantajosos para a estabilidade do produto e após o processo de fabricação.

[0047] Em adição, as configurações da presente invenção opcionalmente incluem um agente umectante de carga. Um agente umectante de carga geralmente pode ajudar a tornar a carga e a dispersão de poliolefina mais compatíveis. Agentes umectantes úteis incluem sais fosfato, tais como hexametáfosfato de sódio. Um agente umectante de carga pode ser incluído em uma composição da presente invenção em uma concentração de pelo menos cerca de 0,5 parte por 100 partes de carga, em peso.

[0048] Adicionalmente, as configurações da presente invenção podem opcionalmente incluir um espessante. Espessantes podem ser úteis na presente invenção para aumentar a viscosidade de dispersões de baixa viscosidade. Espessantes adequados para uso na prática da presente invenção podem ser quaisquer conhecidos na técnica como por exemplo espessantes do tipo poliacrilato ou não iônicos associados tal como éteres de celulose modificados. Por exemplo, espessantes adequados incluem ALCOGUM® VEP-II (marca comercial de Alco Chemical Corporation), Rheovis® e Viscalex® (marcas comerciais de Ciba Geigy), Espessante UCAR® 146, ou Ethocell® ou Methocell® (marcas comerciais de The Dow Chemical Company) e PARAGUM® 241 (marca comercial de Para-Chem Southern, Inc.), ou Bermacol® (marca comercial de Akzo Nobel) ou Aqualon® (marca registrada Hercules) ou ACUSOL® (marca registrada Rohm and Haas). Os espessantes podem ser usados em qualquer quantidade necessária para preparar um composto de viscosidade desejada.

[0049] A viscosidade final da dispersão é, portanto, controlável. A adição do espessante à dispersão incluindo a quantidade de carga pode ser feita com meios convencionais para resultar em viscosidades como necessárias para o revestimento de carpete. As viscosidades de tais compostos podem alcançar +3000 cP (Brookfield haste 4 com 20 rpm) com dosagem moderada de espessante (até 4% preferivelmente, abaixo de 3% baseado em 100 phr de dispersão polimérica). A dispersão inicial de polímero como descrita tem uma viscosidade inicial antes da formulação com cargas e aditivos entre 20 e 1000 cP (viscosidade Brookfield medida à temperatura ambiente com haste rv3 a 50 rpm). Ainda mais preferivelmente, a viscosidade inicial da dispersão pode estar entre cerca de 100 a cerca de 600 cP.

[0050] Também, as configurações da presente invenção são caracterizadas por sua estabilidade quando uma carga é adicionada ao polímero / agente estabilizante. Neste contexto, estabilidade se refere à estabilidade da viscosidade da dispersão poliolefínica aquosa resultante. Para testar a estabilidade, a viscosidade é medida durante um período de tempo. Preferivelmente, a viscosidade medida a 20°C deve permanecer a $\pm 10\%$ da viscosidade original durante um período de 24 horas, quando medida a temperatura ambiente.

[0051] Em uma configuração específica, um polímero base, um agente estabilizante, e uma carga são amassados fundidos em uma extrusora junto com água e um agente neutralizante, tal como amônia, hidróxido de potássio, ou uma combinação dos dois para formar uma dispersão composta. Aqueles tendo experiência ordinária na técnica reconhecerão que um número de outros agentes neutralizantes podem ser usados. Em algumas

configurações, a carga pode ser adicionada após misturar homogeneamente o polímero base e agente estabilizante.

[0052] Qualquer meio amassador de fundido conhecido na técnica pode ser usado. Em algumas configurações, um amassador, um misturador Banbury, extrusora de fuso simples, ou extrusora multifuso é usado. Um processo para produzir as dispersões de acordo com a presente invenção não é particularmente limitado. Um processo preferido, por exemplo, é um processo compreendendo amassar fundidos os componentes mencionados acima de acordo com a patente U.S. nº 5.756.659 e publicação de patente U.S. nº 20010011118.

[0053] A figura 1 ilustra esquematicamente um aparelho de extrusão que pode ser usado em configurações da invenção. Uma extrusora 20, em certas configurações uma extrusora de fusos duplos, é acoplada a um regulador de contrapressão, bomba de fundido, ou bomba de engrenagens 30. As configurações também provêem um reservatório base 40 e um reservatório inicial de água 50, cada um dos quais inclui uma bomba (não mostrada). Quantidades desejadas de água base e inicial são providas a partir do reservatório base 40 e do reservatório inicial de água 50, respectivamente. Qualquer bomba adequada pode ser usada, mas em algumas configurações uma bomba que forneça um fluxo de cerca de 150 cm³/min a uma pressão de 240 bar é usada para prover a água base e inicial para a extrusora 20. Em outras configurações, uma bomba de injeção de líquido prove um fluxo de 300 cm³/min a 200 bar ou 600 cm³/min a 133 bar. Em algumas configurações, a água base e inicial são pré-aquecidas em um pré-aquecedor.

[0054] Vantajosamente, usando uma extrusora em certas configurações, o polímero base e o agente estabilizante podem

ser misturados homogeneamente em um único processo para formar uma dispersão. Também, vantajosamente, usando um ou mais dos agentes estabilizantes listados acima, a dispersão é estável com relação à carga e outros aditivos. Formulações anteriores envolvendo polímeros base de poliolefina foram instáveis com relação à carga.

[0055] Vantajosamente, as dispersões de poliolefina formadas de acordo com as configurações descritas aqui provêem a capacidade de aplicar a dispersão a amostras de carpete e conseguir boa trava de tufo, aderir a forro primário e secundário, e manter um laminado flexível. Em configurações específicas, os inventores também descobriram que os compostos divulgados aqui têm boa adesão a substratos polares (tais como as poliamidas usadas para fibras de face).

[0056] Em uma configuração específica, uma dispersão poliolefínica é aplicada a um carpete usando qualquer método de aplicação conhecido por aqueles experientes na técnica. Por exemplo, em uma configuração, ao preparar carpetes forrados com polímero de acordo com a presente invenção, uma dispersão poliolefínica é aplicada como uma camada de espessura preferivelmente uniforme sobre a superfície não de felpas de um substrato de carpete adequadamente preparado. Pré-camadas de poliolefina, camadas de laminado, e camadas de espuma podem ser preparadas por métodos conhecidos por aqueles experientes na técnica de preparar tais forros. Pré-camadas, camadas laminadas e camadas de espuma preparadas a partir de dispersões são descritas em P.L. Fitzgerald, "Integral Dispersion Foam Carpet Cushioning" [Acolchoamento de carpete com espuma de dispersão integral], J.Coat. Fab 1977, Vol. 7 (págs. 107-120), e em R.P. Brentin, "Dispersion

Coating Systems for Carpet Backing" [Sistemas de revestimento de dispersão para forração de carpete], J.Coat. Fab. 1982, Vol. 12 (págs. 82-91).

[0057] Quando preparando espumas, é freqüentemente preferido espumar a dispersão. Preferido na prática desta invenção é o uso de um gás como agente espumante. Exemplos de agentes espumantes adequados incluem: gases e/ou misturas de gases tais como, ar, dióxido de carbono, nitrogênio, argônio, hélio, e similares. Particularmente preferível é o uso de ar como um agente espumante. Agentes espumantes são tipicamente introduzidos por introdução mecânica de um gás em um líquido para forma uma espuma. Esta técnica é conhecida como espumação mecânica. Ao preparar um forro de poliolefina espumada, é preferido misturar todos os componentes e então misturar homogeneamente o ar ou gás dentro da mistura, usando equipamentos tais como um espumador OAKES, MONDO ou FIRESTONE.

[0058] Tensoativos úteis para preparar uma espuma estável são referidos aqui como estabilizantes de espuma. Estabilizantes de espuma são úteis na prática da presente invenção. Aqueles tendo experiência ordinária na técnica neste campo reconhecerão que um número de estabilizantes de espuma podem ser usados. Os estabilizantes de espuma podem incluir, por exemplo, sulfatos, succinamatos, e sulfosuccinamatos.

[0059] Em uma configuração da presente invenção, mostrada em diagrama de fluxo na figura 2, uma dispersão de poliolefina é formada (ST 200). A seguir, a dispersão é espumada (ST 210), o que pode, por exemplo, ser feito misturando mecanicamente com ar. A dispersão espumada é então

espalhada sobre um carpete (ST 220). Em configurações selecionadas, a dispersão de poliolefina é aplicada a cerca de 65°C a cerca de 125°C. Em configurações preferidas, a dispersão de poliolefina é aplicada a cerca de 85°C a cerca de 95°C.

[0060] A dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser secada via qualquer método de secagem convencional. Tais métodos de secagem convencionais incluem, mas não estão limitados a, secagem a ar, secagem por forno de convecção, secagem a ar quente, secagem em forno de microondas, e/ou secagem em forno de infravermelho. A dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser secada a qualquer temperatura; por exemplo, ela pode ser secada a uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do ponto de fusão do polímero base; ou alternativamente, ela pode ser secada a uma temperatura na faixa menor que o ponto de fusão do polímero base. A dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser secada a uma temperatura na faixa de cerca de 15,5°C (60°F) a cerca de 371°C (700°F). Todos os valores individuais de cerca de 15,5°C a cerca de 371°C estão incluídos aqui e divulgados aqui; por exemplo, a dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser secada a uma temperatura na faixa de cerca de 15,5°C a cerca de 260°C (500°F), ou alternativamente, a dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser secada a uma temperatura na faixa de cerca de 15,5°C a cerca de 232,2°C (450°F). A temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex., um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do

ponto de fusão do polímero base por um período de menos que cerca de 40 minutos. Todos os valores individuais e subfaixas a partir de menos que 40 minutos estão incluídos aqui e divulgados aqui; por exemplo, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período menor que cerca de 20 minutos, ou alternativamente, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período menor que cerca de 10 minutos, ou em uma outra alternativa, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada até uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período na faixa de cerca de 0,5 a 600 segundos. Em uma outra alternativa, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa menor que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período menor que 40 minutos. Todos os valores individuais e subfaixas menores que cerca de 40 minutos estão incluídos aqui e divulgados aqui; por exemplo, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa menor que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período menor que 20 minutos, ou alternativamente, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa menor que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período

de menos que cerca de 10 minutos, ou em uma outra alternativa, a temperatura da dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, pode ser elevada a uma temperatura na faixa menor que a temperatura do ponto de fusão do polímero base por um período na faixa de cerca de 0,5 a 600 segundos.

[0061] Secar a dispersão aplicada sobre um substrato, p.ex. um carpete, a uma temperatura na faixa igual ou maior que a temperatura do ponto de fusão do polímero base é importante porque facilita a formação de uma película tendo uma fase contínua de polímero base com uma fase discreta de agente estabilizante dispersada nela a fase contínua de polímero base melhorando dessa forma a resistência a óleo e graxa bem como provendo uma barreira para transmissão de umidade e vapor.

Exemplos

[0062] Um pré-revestimento foi aplicado a uma amostra de carpete tufado, usando uma dispersão de poliolefina, referida como TCR 002. A dispersão de poliolefina compreendeu uma mistura de polímero base/agente estabilizante formada a partir de AFFINITY® 8200/PRIMACOR® 5980i em uma mistura 70%/30% (em peso), ambos os quais são disponíveis de The Dow Chemical Company (Midland, MI). O carpete tufado tinha felpa de polipropileno e forro de polipropileno. O polímero termoplástico AFFINITY® 8200, como fornecido consistiu de glóbulos flexíveis, macios. PRIMACOR® 5980i, como fornecido consistiu de glóbulos esféricos, duros.

[0063] Uma solução de matéria-prima de KOH a 25% em peso foi preparada para neutralizar o tensoativo. A densidade final desta solução era 1,25 g/ml a 20°C. Esta preparação é

mostrada na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1: Preparação de uma solução de matéria-prima de KOH a 25% em peso

Material	Peso (g)	Fração em peso
KOH a 45% em peso	555,0	0,555
Água deionizada	445,0	0,445
	1000,0	1,000

[0064] O polímero, AFFINITY® 8200 tinha que ser alimentado através de um alimentador primário de sólidos. Este alimentador consistiu de um alimentador de perda de peso Schenck enquanto o PRIMACOR® 5980i tinha que ser alimentado através de um alimentador secundário de sólidos. Este alimentador secundário, Schenk modelo 301/304, foi ajustado para fornecer PRIMACOR® 5980i na razão desejada. Durante esta preparação, a razão de AFFINITY® 8200/PRIMACOR® 5980i devia ser variada de 70/30 para 85/15 (em peso). Bombas HPLC de macropressão Altech 301 mediam todas as correntes aquosas. A água ou mistura de água/KOH foi bombeada para dentro da extrusora de fusos duplos através de um design de injetor estilo tucho.

[0065] Esta corrente aquosa foi pré-aquecida através de um trocador de calor de núcleo/casca de 24" (núcleo de tubulação de 20'1/8) temperado por um banho de óleo de Silicone DC200 ajustado a 190°C. Adicionalmente, o regulador de contrapressão instalado previamente, localizado imediatamente a montante do injetor, foi definido para um valor de 550 psi. A corrente de diluição também foi pré-aquecida com uma preparação idêntica de trocador/banho aquecido a 150°C. Diluição secundária também foi usada para este experimento. Uma sonda de temperatura/pressão localizada na Zona 7 (zona-e) foi usada para determinar o efeito da pressão no tamanho

final de partícula. A bomba de fundido controlando a contrapressão da extrusora consistiu de uma bomba da série Zenith com uma capacidade de 2,92 cm³/rev.

[0066] Durante o experimento, a IA/Razão de Alimentação foi variada de 0,467-0,098. A concentração de PRIMACOR® 5980i foi variada de 30-15% em peso do polímero total. A adição base também foi variada de 9,5-4,5 ml/min da solução de matéria-prima de KOH a 25% em peso (3,000-1,406 g KOH/min). A neutralização molar variou de 198,9-90,1. Várias amostras foram obtidas durante estas variações de água/base/PRIMACOR® 5980I. Estas amostras foram medidas em um analisador de partículas por dispersão luminosa Coulter LS230, implementando o modelo de epóxi, após diluição adequada em uma solução preparada de KOH a 0,025% em peso.

Tamanho de partícula

[0067] O menor tamanho de partícula conseguido a 30% em peso de PRIMACOR® 5980I foi 0,67 µm com uma polidispersividade de 2,20 em uma razão IA/Polímero de 0,321 e uma velocidade de fuso de 450 rpm. Em 15% em peso de PRIMACOR® 5980i, o menor tamanho de partícula conseguido foi 4,18 µm com uma polidispersividade de 13,30 em uma razão de IA/Polímero de 0,240 e uma velocidade de fuso de 450 rpm.

Nível de neutralização

[0068] O PRIMACOR® 5980i a 30% em peso foi parcialmente neutralizado com cáustica em um nível de 90,1% molar. O nível de neutralização de 100% calculado devia ser 3,016 g/min de KOH comparado com a quantidade medida de 2,719. Em 15% em peso, o PRIMACOR® 5980i foi parcialmente neutralizado com cáustica em um nível de 93,2% molar. O nível de neutralização de 100% devia ser 1,508 g/min de KOH comparado com a

quantidade medida de 1,406.

Amostragem

[0069] Amostras de cinco galões foram obtidas com a seguinte especificação (depois da pós-diluição e adição preservativa).

Constituinte	Concentração (% em peso)
AFFINITY® 8200	32,1
PRIMACOR® 5980i	13,8
Água	54,1
DOWICIL® 200	0,02
<u>Especificações da amostra</u>	
Tamanho médio de partícula (µm)	0,75
Polidispersividade (Dv/Dn)	2,26
Teor de sólidos (% em peso)	45,9
pH	10,7
Viscosidade (cp)	1860*

*Haste RV3, 22,1°C, 50 rpm

[0070] Três versões desta dispersão foram produzidas: Primeiro, uma versão não preenchida (isto é, nenhuma carga adicionada) foi depositada sobre uma amostra de carpete. Segundo, uma amostra foi produzida usando 200 partes por centena (com relação ao polímero base e agente estabilizante) de carga de carbonato de cálcio, e uma terceira amostra foi produzida usando 200 partes por centena (com relação ao polímero base e agente estabilizante) de trihidrato de alumínio. 0,25 parte por centena de agente umectante Alcopol® O, disponível de Ciba Specialty Chemicals (Basel, Suíça), foi adicionada à segunda e terceira amostras. Um número de amostras de comparação também foram geradas e testes foram executados.

Descrição de testes específicos em cada uma das amostras

abaixo

Amostra #	Descrição da dispersão polimérica	Carga
1	Dispersão convencional de etileno acetato de vinila	nenhuma
2	Dispersão de PRIMACOR(r0 3460 DMD em KOH a +45% de sólidos neutralizado	nenhuma
3	Copolímero em blocos de SBS	nenhuma
4	ENGAGE® 8130	nenhuma
5	Techseal (que é uma dispersão de PRIMACOR® 5980, KOH neutralizado com 40% de sólidos)	nenhuma
6	Látex de nitrila	nenhuma
7	PRIMACOR® 3460/látex DL 552	nenhuma
8	SBS/DL 552	nenhuma
9	ENGAGE® 8130/látex DL 552	nenhuma
10	Techseal/DL 552	nenhuma
11	Látex de nitrila/DL 552	nenhuma
13	TCR 002	200 partes por centena de trihidrato de alumínio
14	TCR 002	nenhuma
15	TCR 002	200 partes por centena de carbonato de cálcio

[0071] Os resultados do teste são exibidos na figura 3. Como mostrado naquela figura, as configurações formuladas de acordo com a presente invenção (13 e 15 na tabela acima) mostraram boa adesão e trava de tufo.

[0072] Vantajosamente, uma ou mais configurações da presente invenção provêm composições, métodos, e artigos tendo boa performance em suas aplicações pretendidas. Em uma aplicação, por exemplo, uma ou mais configurações da presente invenção podem ser usadas em carpetes na indústria automotiva.

Método CRYSTAF standard

[0073] As distribuições de ramificações são determinadas por fracionamento por cristalização (CRYSTAF) usando uma unidade CRYSTAF 200 comercialmente disponível de PolymerChar, Valência, Espanha. As amostras foram dissolvidas em 1,2,4-triclorobenzeno a 160°C (0,66 mg/ml) por 1 h e estabilizadas a 95°C por 45 minutos. As temperaturas de amostragem variaram de 95 a 30°C em uma taxa de resfriamento de 0,2°C/min. Um detector infravermelho é usado para medir as concentrações da solução de polímero. A concentração solúvel cumulativa é medida à medida que o polímero se cristaliza enquanto a temperatura é diminuída. A derivada analítica do perfil cumulativo reflete a distribuição de ramificações de cadeia curta do polímero.

[0074] A temperatura e a área de pico CRYSTAF são identificadas pelo módulo de análise de pico incluído no Software CRYSTAF (Versão 2001.b, PolymerChar, Valência, Espanha). A rotina para descobrir pico CRYSTAF identifica uma temperatura pico como um máximo na curva dW/dT e a área entre as maiores inflexões positivas em cada lado do pico identificado na curva da derivada. Para calcular a curva CRYSTAF, os parâmetros de processamento preferidos são com uma temperatura limite de 70°C e com parâmetros de suavização acima do limite de temperatura de 0,1, e abaixo do limite de temperatura de 0,3.

Módulo secante/flexural / Módulo de armazenagem

[0075] Amostras são moldadas por compressão usando a ASTM D1928. Os módulos flexural e secante a 2 por cento são medidos de acordo com a ASTM D-790. O módulo de armazenagem é medido de acordo com a ASTM D5026-01 ou técnica equivalente.

Método standard DSC

[0076] Os resultados de Calorimetria Diferencial de Varredura são determinados usando um DSC TAI modelo Q1000 equipado com um acessório de resfriamento RCS e um autoamostrador. Um fluxo de gás de purga de nitrogênio de 50 ml/min é usado. A amostra é prensada em uma película fina e fundida na prensa a cerca de 175°C e então resfriada a ar para temperatura ambiente (25°C). 3-10 mg de material são então cortados em um disco de 6 mm de diâmetro, pesados precisamente, colocados em um tacho leve de alumínio (cerca de 50 mg), e então fechado achatado. O comportamento térmico da amostra é investigado com o seguinte perfil de temperatura. A amostra é rapidamente aquecida a 180°C e mantida isotérmica por 3 minutos para remover qualquer história térmica anterior. A amostra é então resfriada para -40°C em taxa de resfriamento de 10°C/min e mantida a -40°C por 3 minutos. A amostra é então aquecida a 150°C em taxa de aquecimento de 10°C/min. As curvas de resfriamento e segundo aquecimento são registradas.

[0077] O pico de fusão de DSC é medido como o máximo em taxa de fluxo térmico (W/g) com relação à linha base linear desenhada entre -30°C e o final da fusão. O calor de fusão é medido como a área sob a curva de fusão entre -30°C e o fim da fusão usando uma linha base linear.

[0078] A calibração do DSC é feita como segue. Primeiro, uma linha base é obtida correndo uma DSC de -90°C sem qualquer amostra no tacho de alumínio de DSC. Então 7 miligramas de uma amostra fresca de índio são analisados aquecendo a amostra a 180°C, resfriando a amostra a 140°C em uma taxa de resfriamento de 10°C/min seguido por manter a amostra isotermicamente a 140°C por 1 minuto, seguido por

aquecer a amostra de 150°C a 180°C em uma taxa de aquecimento de 10°C por minuto. O calor de fusão e o início de fusão da amostra de índio são determinados e checados a estarem dentro de 0,5°C a partir de 156,6°C para o início de fusão e dentro de 0,5 J/g a partir de 28,71 J/g para o de fusão. Então água deionizada é analisada resfriando uma pequena gota de amostra fresca no tacho de DSC de 25°C a -30°C em uma taxa de resfriamento de 10°C por minuto. A amostra é mantida isotermicamente a -20°C por 2 minutos e aquecida a 30°C em uma taxa de aquecimento de 10°C por minuto. O início de fusão é determinado e checado a estar dentro de 0,5°C a partir de 0°C.

Método GPC

[0079] O sistema cromatográfico de permeação em gel consiste de um instrumento Polymer Laboratories Modelo PL-210 ou Polymer Laboratories Modelo PL-220. Os compartimentos da coluna e carrossel são operados a 140°C. Três colunas Mistas-B de 10 microns da Polymer Laboratories são usadas. O solvente é 1,2,4-triclorobenzeno. As amostras são preparadas em uma concentração de 0,1 grama de polímero em 50 mililitros de solvente contendo 200 ppm de hidroxitolueno butilado (BHT). As amostras são preparadas agitando levemente por 2 horas a 160°C. O volume de injeção usado é 100 microlitros e a taxa de fluxo é 1,0 ml/min.

[0080] A calibração do conjunto de coluna GPC é executada com 21 padrões de poliestireno de distribuição estreita de peso molecular com pesos moleculares variando de 580 a 8.400.000, arrançados em 6 misturas de "coquetel" com pelo menos uma década de separação entre pesos moleculares individuais. Os padrões são comprados de Polymer Laboratories

(Shropshire, Reino Unido). Os padrões de poliestireno são preparados em 0,025 grama em 50 mililitros de solvente para pesos moleculares iguais a ou maiores que 1.000.000, e 0,05 grama em 50 mililitros de solvente para pesos moleculares menores que 1.000.000. Os padrões de poliestireno são dissolvidos a 80°C com agitação gentil por 30 minutos. As misturas de padrões estreitos são corridas primeiro e em ordem decrescente de componente de peso molecular mais alto para minimizar a degradação. Os pesos moleculares pico de padrão de poliestireno são convertidos para pesos moleculares de polietileno usando a equação seguinte (como descrita em Williams and Ward, J.Polym.Sci.Polym.Let., 6, 621 (1968)):

$$M_{\text{polietileno}} = 0,431 (M_{\text{poliestireno}}).$$

[0081] Os cálculos de peso molecular equivalente de polietileno foram executados usando software Viscotek TriSEC Versão 3.0.

Densidade

[0082] Amostras para medição de densidade são preparadas de acordo com a ASTM D 1928. As medições são feitas dentro de uma hora de prensagem da amostra usando o Método B da ASTM D792.

ATREF

[0083] Análise de fracionamento analítico por eluição com gradiente de temperatura (ATREF) é conduzida de acordo com o método descrito na patente U.S. nº 4.798.081 e Wilde, L.; Ryle, T.R.; Knobeloch, D.C.; Peat, I.R.; Determination of Branching Distributions in Polyethylene and Ethylene Copolymers [Determinação de distribuições de ramificações em copolímeros de polietileno e etileno], J.Polym. Sci., 20, 441-455 (1982), que são incorporados aqui em suas

totalidades. A composição a ser analisada é dissolvida em triclorobenzeno e deixada a cristalizar em uma coluna contendo um suporte inerte (granalhas de aço inoxidável) reduzindo lentamente a temperatura para 20°C em uma taxa de resfriamento de 0,1°C/min. A coluna é equipada com um detector infravermelho. Uma curva de cromatograma de ATREF é então gerada eluindo a amostra de polímero cristalizada da coluna aumentando lentamente a temperatura do solvente eluindo (triclorobenzeno) de 20 para 120°C em uma taxa de 1,5°C/min.

Análise por RMN ^{13}C

[0084] As amostras são preparadas adicionando aproximadamente 3 g de uma mistura 50/50 de tetraclorometano- d^2 /ortodichlorobenzeno a amostra de 0,4 g em um tubo de RMN de 10 mm. As amostras são dissolvidas e homogeneizadas aquecendo o tubo e seus conteúdos a 150°C. Os dados são coletados usando um espectrômetro JEOL Eclipse® 400 MHz ou um espectrômetro Varian Unity Plus® 400 MHz, correspondendo a uma frequência de ressonância de ^{13}C de 100,5 MHz. Os dados são adquiridos usando 4000 transientes por arquivo de dados com um atraso de repetição de pulso de 6 segundos. Para conseguir o mínimo de sinal para ruído para análise quantitativa, múltiplos arquivos de dados são adicionados juntos. A largura espectral é 25.000 Hz com um tamanho de arquivo mínimo de 32K de pontos de dados. As amostras são analisadas a 130°C em uma sonda de banda larga de 10 mm. A incorporação de comonômero é determinada usando o método da tríade de Randall (Randall, J.C.; JMS-Rev. Macromol. Chem. Phys., C29, 201-317 (1989), que é incorporado aqui por referência em sua totalidade.

Índice de blocos

[0085] Os interpolímeros de etileno/ α -olefina são caracterizados por um índice médio de blocos, ABI, que é maior do que zero e até cerca de 1,0 e uma distribuição de peso molecular, M_w/M_n , maior que cerca de 1,3. O índice médio de blocos, ABI, é a média ponderada do índice de blocos ("BI") para cada uma das frações de polímero obtidas em TREF preparativo (isto é, fracionamento de um polímero por Fracionamento por Eluição com Gradiente de Temperatura) de 20°C e 110°C, com um incremento de 5°C (embora outros incrementos de temperatura, tais como 1°C, 2°C, 10°C, também possam ser usados):

$$ABI = \sum (w_i BI_i)$$

onde BI é o índice de blocos para a i-ésima fração do interpolímero inventivo de etileno/ α -olefina obtido em TREF preparativo, e w_i é a porcentagem em peso da i-ésima fração. Similarmente, a raiz quadrada do segundo momento sobre a média, daqui por diante referida como o índice de blocos médio ponderado de segundo momento, pode ser definido como segue.

$$BI_médio_ponderado_de_2^\circ_momento = \sqrt{\frac{\sum (w_i (BI_i - ABI)^2)}{(N-1) \sum w_i}}$$

onde N é definido como o número de frações com BI_i maior que zero. Para cada fração de polímero, BI é definido por uma das duas equações seguintes (ambas as quais proporcionam o mesmo valor de BI):

$$BI = \frac{\frac{1}{T_X} - \frac{1}{T_{X0}}}{\frac{1}{T_A} - \frac{1}{T_{AB}}} \quad \text{ou} \quad BI = -\frac{\ln P_X - \ln P_{X0}}{\ln P_A - \ln P_{AB}}$$

onde T_x é a temperatura de ATREF (isto é, TREF analítico) para a i -ésima fração (preferivelmente expressa em Kelvin), P_x é a fração molar de etileno para a i -ésima fração, a qual pode ser medida por RMN ou IV como descrito abaixo. P_{AB} é a fração molar de etileno do interpolímero completo de etileno/ α -olefina (antes do fracionamento), que também pode ser medida por RMN ou IV. T_A e P_A são a temperatura de eluição de ATREF e a fração molar de etileno para "segmentos duros" puros (os quais se referem a segmentos cristalinos do interpolímero). Como uma aproximação ou para polímeros onde a composição de "segmento duro" é desconhecida, os valores de T_A e P_A são definidos para aqueles para homopolímero de polietileno de alta densidade.

T_{AB} é a temperatura de eluição de ATREF para um copolímero randômico da mesma composição (tendo uma fração molar de etileno de P_{AB}) e peso molecular que o copolímero inventivo. T_{AB} pode ser calculada a partir da fração de moles de etileno (medida por RMN) usando a seguinte equação:

$$\ln P_{AB} = \alpha/T_{AB} + \beta$$

onde α e β são duas constantes que podem ser determinadas por uma calibração usando um número de frações de TREF preparativo bem caracterizadas de um copolímero randômico de composição ampla e/ou copolímeros de etileno randômicos bem caracterizados com composição estreita. Deve ser notado que α e β podem variar de instrumento para instrumento. Além disso, poder-se-ia criar uma curva de calibração apropriada com a composição de polímero de interesse, usando faixas de peso molecular e tipo de comonômero apropriadas para as frações de TREF preparativo e/ou copolímeros randômicos usados para criar a calibração. Existe um leve efeito de peso

molecular. Se a curva de calibração é obtida de faixas similares de pesos moleculares, tal efeito seria essencialmente desprezível. Em algumas configurações, copolímeros de etileno randômicos e/ou frações de TREF preparativo de copolímeros randômicos satisfazem o seguinte relacionamento:

$$\ln P = - 237,83 / T_{ATREF} + 0,639$$

[0086] A equação de calibração acima relaciona a fração molar de etileno, P , para a temperatura de eluição de TREF analítico, T_{ATREF} , para copolímeros randômicos de composição estreita e/ou frações de TREF preparativo de copolímeros randômicos de composição ampla. T_{x0} é a temperatura de ATREF para um copolímero randômico da mesma composição (isto é, o mesmo tipo e teor de comonômero) e o mesmo peso molecular e tendo uma fração molar de etileno de P_x . T_{x0} pode ser calculado a partir de $\ln P_x = \alpha/T_{x0} + \beta$ a partir de uma fração molar medida de P_x . Reciprocamente, P_{x0} é a fração molar de etileno para um copolímero randômico da mesma composição (isto é, o mesmo tipo e teor de comonômero) e o mesmo peso molecular e tendo uma temperatura de ATREF de T_x , que pode ser calculada a partir de $\ln P_{x0} = \alpha/T_x + \beta$ usando um valor medido de T_x .

[0087] Uma vez que o índice de blocos (BI) para cada fração de TREF preparativo é obtido, o índice de blocos médio ponderado, ABI, para o polímero todo pode ser calculado.

Propriedades mecânicas - Tração, histerese, e cisalhamento

[0088] O comportamento tensão-solicitação em tração uniaxial é medido usando espécimes de microtração da ASTM D 1708. Amostras são esticadas com um Instron a 500% min⁻¹ a 21°C. A resistência à tração e alongamento na ruptura são

relatados a partir de uma média de 5 espécimes.

[0089] Histerese de 100% e 300% são determinadas a partir de carregamento cíclico a solicitações de 100% e 300% usando espécimes de microtração da ASTM D 1708 com um instrumento Instron®. A amostra é carregada e descarregada a $267\% \text{ min}^{-1}$ por 3 ciclos a 21°C . Os experimentos cíclicos a 300% e 80°C são conduzidos usando uma câmara ambiental. No experimento de 80°C , a amostra é deixada a equilibrar por 45 minutos na temperatura antes de testar. No experimento cíclico de solicitação de 300%, 21°C , a tensão retrativa na solicitação de 150% a partir do primeiro ciclo de descarregamento é registrada. As recuperações parciais para todos os experimentos são calculadas a partir do primeiro ciclo de descarregamento usando a solicitação na qual a carga retornou à linha base. A recuperação porcentual é definida como:

$$\% \text{Recuperação} = \frac{\epsilon_f - \epsilon_s}{\epsilon_f} \times 100$$

onde ϵ_f é a solicitação tomada para o carregamento cíclico e ϵ_s é a solicitação onde a carga retorna à linha base durante o 1º ciclo de descarregamento.

[0090] Embora a invenção tenha sido descrita com relação a um número limitado de configurações, aqueles experientes na técnica, tendo o benefício desta divulgação, apreciarão que outras configurações podem ser previstas as quais não se desviam do escopo da invenção como divulgada aqui. Conseqüentemente, o escopo da invenção deve ser limitado somente pelas reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Carpete, caracterizado pelo fato de compreender um substrato; e uma película contendo uma fase contínua de polímero base, sendo que o referido polímero base é selecionado do grupo consistindo de um polímero termoplástico a base de etileno, um polímero termoplástico a base de propileno, e misturas dos mesmos; e uma fase discreta de agente estabilizante, dispersa na referida fase de polímero base continua.
2. Carpete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a citada película ser derivada de uma dispersão em um meio líquido compreendendo (A) um polímero base que compreende um ou mais poliolefinas não-polares; (B) um agente estabilizante que compreende uma ou mais poliolefinas polares; (C) uma carga; e (D) água.
3. Carpete, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de a carga estar presente em uma quantidade maior que 0 a 1000 parte por cem partes da poliolefina não-polar combinada com o agente estabilizante.
4. Carpete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a referida película ser derivada a partir de uma dispersão em um meio líquido compreendendo (A) um polímero base selecionado a partir do grupo consistindo de um copolímero a base de etileno e um copolímero a base de propileno; (B) um agente estabilizante polimérico; (C) uma carga; e (D) água, sendo o agente estabilizante polimérico diferente de pelo menos um polímero base e ser compatível com o polímero base e pelo menos uma carga, e sendo que a dispersão tem carga em uma faixa de 0 a 600 partes por centenas de partes de uma quantidade combinada de um polímero

base e um agente estabilizante polimérico.

5. Carpete, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de o polímero compreender de 35% a 55% em volume da dispersão aquosa.

6. Carpete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a dispersão aquosa ter um pH de 6 a 14.

7. Carpete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a dispersão aquosa ter um tamanho médio de partícula de 0,3 a 3,0 microns.

8. Carpete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de a dispersão aquosa compreender, adicionalmente, um agente umectante, tensoativos, agentes antiestática, um agente neutralizante, pigmentos, fibras de reforço, antioxidantes, um agente de espumação, preservativos, um espessante, um modificador de reologia, um biocida e um fungicida.

9. Método para produzir um carpete, conforme definido na reivindicação 1, dito método sendo caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

- selecionar um substrato;

- selecionar uma dispersão aquosa compreendendo:

(A) um polímero base selecionado do grupo consistindo de um copolímero baseado em etileno e um copolímero baseado em propileno; e (B) um agente estabilizante polimérico; (C) uma carga, sendo o agente estabilizante polimérico diferente do polímero base e compatível com o polímero base, e a carga, e sendo que a dispersão aquosa tem uma carga na faixa de 0 a 600 partes por centena de partes de uma quantidade combinada do pelo menos um polímero base e um agente estabilizante polimérico;

- espumar a dispersão com um gás; e
- aplicar a dispersão espumada ao citado substrato.

10. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de compreender, adicionalmente, a etapa de remover a porção da água, expondo o substrato a uma temperatura elevada.

11. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de a temperatura elevada, na etapa de remoção da porção da água expondo o substrato ser uma temperatura na faixa de 65-125°C.

12. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de o substrato compreender um têxtil trançado ou não trançado.

13. Método para produzir um carpete, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de compreender, adicionalmente, aplicar a dispersão aquosa como uma camada adesiva a um carpete.

14. Método, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o carpete compreender um carpete agulhado.

15. Método, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o carpete compreender um carpete tufado.

16. Método, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o carpete compreender uma grama artificial.

17. Artigo, compreendendo um primeiro substrato e um segundo substrato, conforme definido na reivindicação 1, dito artigo sendo caracterizado pelo fato de o primeiro substrato e o segundo substrato serem ligados entre si por uma dispersão aquosa compreendendo:

(A) um polímero base selecionado do grupo consistindo de um copolímero baseado em etileno e um copolímero baseado em

propileno; e

(B) um agente estabilizante polimérico;

(C) uma carga,

sendo o agente estabilizante polimérico diferente do polímero base e compatível com um polímero base e uma carga, e sendo que a dispersão aquosa tem carga na faixa de 0 a 600 partes por centena de partes de uma quantidade combinada do polímero base e do agente estabilizante polimérico.

18. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de compreender, adicionalmente, a etapa de elevar a temperatura do citado carpete a uma temperatura em uma faixa igual a ou maior que o ponto de fusão do citado polímero selecionado do grupo consistindo de um polímero termoplástico baseado em etileno, um polímero termoplástico baseado em propileno e misturas dos mesmos.

19. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de compreender, adicionalmente, a etapa de elevar a temperatura do citado carpete a uma temperatura em uma faixa menor que a temperatura de fusão do citado polímero selecionado do grupo consistindo de um polímero um polímero termoplástico baseado em etileno, um polímero termoplástico baseado em propileno, e misturas dos mesmos.

20. Artigo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de compreender: um carpete; e uma película compreendendo: uma fase contínua de polímero base, sendo que o citado polímero base é selecionado do grupo consistindo de um polímero termoplástico baseado em etileno, um polímero termoplástico baseado em propileno, e misturas dos mesmos; e uma fase discreta de agente estabilizante dispersada na citada fase contínua de polímero base.

21. Artigo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de compreender: um carpete; e uma película compreendendo: uma fase contínua de agente estabilizante; e uma fase discreta de polímero base dispersada na citada fase contínua de agente estabilizante, sendo que o citado polímero base é selecionado do grupo consistindo de um polímero termoplástico baseado em etileno, um polímero termoplástico baseado em propileno, e misturas dos mesmos.

1/2

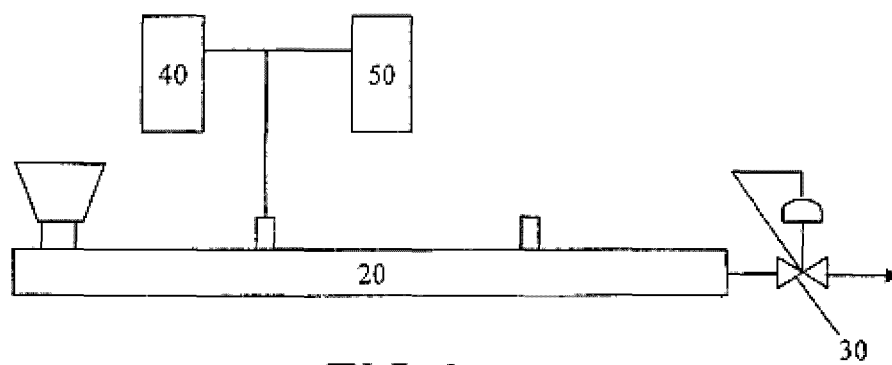


FIG.1

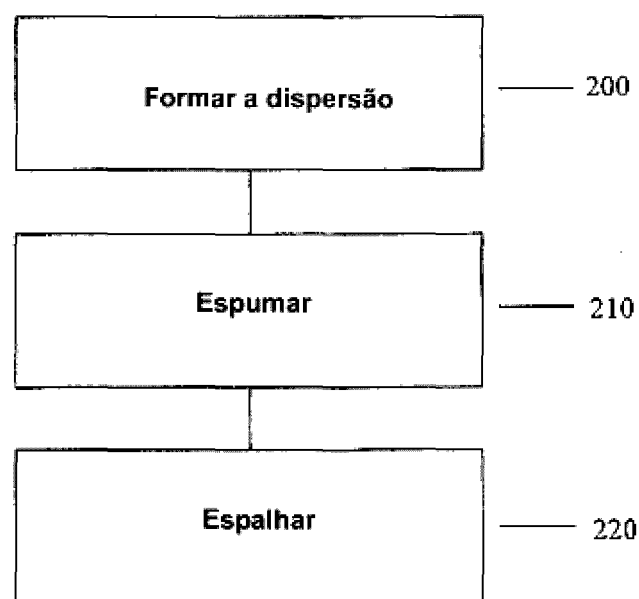


FIG.2

2/2

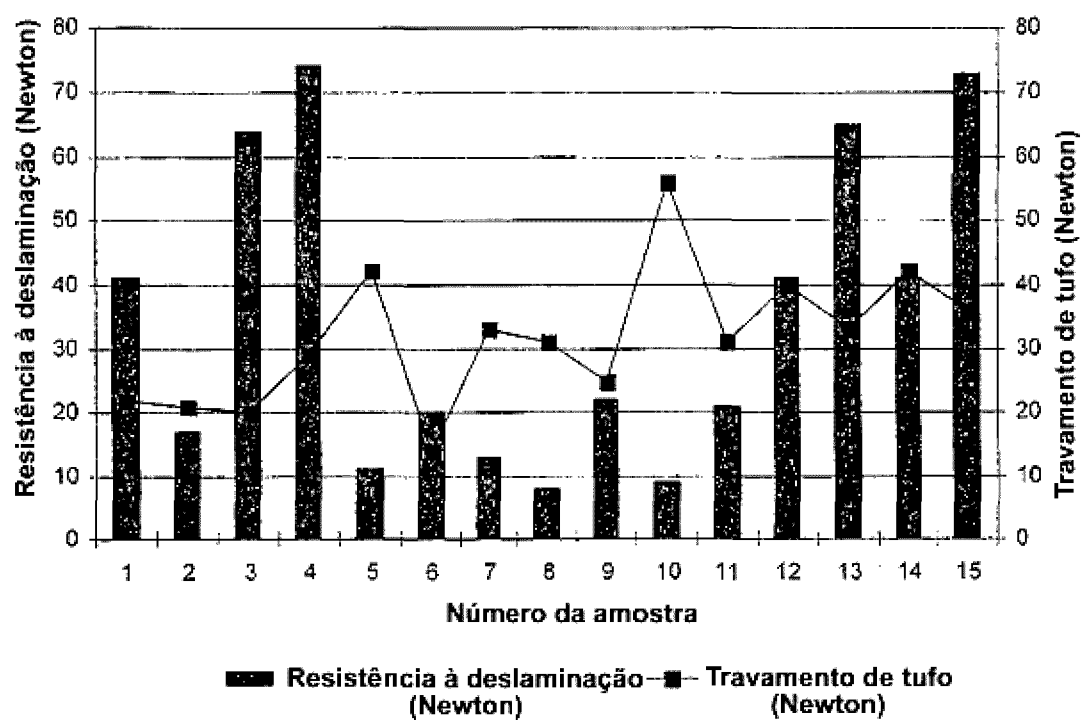


FIG.3