



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

(21) **PI 0712356-6 A2**

(22) Data de Depósito: 01/06/2007  
(43) Data da Publicação: 03/07/2012  
(RPI 2165)



(51) *Int.Cl.:*  
C08K 5/01  
C08K 5/098  
C08L 33/08  
C09J 133/08

(54) **Título:** COMPOSIÇÃO AQUOSA, E, USO DA MESMA.

(30) **Prioridade Unionista:** 09/06/2006 EP 06115246.8

(73) **Titular(es):** Basf Aktiengesellschaft

(72) **Inventor(es):** Alexander Centner, Horst Seibert, Jacob Wildeson

(74) **Procurador(es):** Momsen, Leonardos & CIA.

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2007055374 de 01/06/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/141198 de 13/12/2007

(57) **Resumo:** COMPOSIÇÃO AQUOSA, E, USO DA MESMA. Composição aquosa compreendendo a) um polímero obtível por polimerização de adição de radicais livres, b) um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de derivados de diterpeno tricíclico (referidos coletivamente abreviando-se como diterpeno tricíclico), c) um sal de metal de um ácido orgânico, e d) opcionalmente carga.

“COMPOSIÇÃO AQUOSA, E, USO DA MESMA”

A invenção diz respeito a uma composição aquosa compreendendo:

a) um polímero obténível por polimerização de radicais livres

5 b) um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de derivados de diterpeno tricíclicos (referidos coletivamente abreviando-se como diterpenos tricíclicos).

c) um sal de metal de um ácido orgânico

d) se apropriado, carga.

10 A invenção ainda diz respeito ao uso da composição como um adesivo, especialmente para a ligação adesiva de coberturas de pisos.

Os adesivos aquosos para coberturas de pisos geralmente compreendem um aglutinante polimérico e cargas. As EP-A 743 965 e EP-A 1 201 691 apresentam aditivos tais que são livres de solventes orgânicos ou  
15 plastificantes.

A U.S. 6.706.789 apresenta adesivos para coberturas de pisos, os quais compreendem um reticulador tendo grupos de oxazolina; os adesivos podem adicionalmente também compreender óleos secantes (isto é, óleos insaturados) e carboxilatos de metal como aceleradores da secagem. Os  
20 grupos de oxazolina ocasionam a reticulação do aglutinante; os carboxilatos de metal adicionalmente catalisam a reticulação (secagem) dos óleos secantes.

Os adesivos de acordo com a U.S. 6.706.789, portanto, compreendem um sistema de dois reticuladores e uma multiplicidade de componentes.

25 O que é desejável é um sistema de reticulação mais simples que tenha pelo menos propriedades de desempenho igualmente boas.

No caso das coberturas para piso flexíveis, boa resistência inicial e bom tempo de exposição são de significância para características de desempenho. Boa resistência inicial significa que o forro do tapete, após ter

sido lançado sobre o substrato revestido com o adesivo, pode, a princípio, ser alinhado e a posição pode ser corrigida, porém, depois, breve existirá a ligação adesiva livre de deslizamento, cuja resistência aumenta à medida em que a secagem continua.

5 Bom tempo de exposição significa que, mesmo após um tempo prolongado de ventilação, um forro de tapete, depois de ser lançado sobre o substrato que já esteja seco por esse estágio, dá origem a uma intensa ligação.

São desejáveis, portanto, adesivos que satisfaçam às exigências acima mencionadas tão bem quanto possível.

10 Conseqüentemente descobrimos a composição definida no início. Também descobrimos o uso da composição como um adesivo, especialmente como um adesivo para coberturas de pisos.

A composição aquosa compreende pelo menos os constituintes a seguir:

- 15 a) um polímero obténível por polimerização de radicais livres  
b) um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de derivados de diterpeno tricíclico (referido abreviada e coletivamente como diterpeno tricíclico)  
c) um sal de metal de um ácido orgânico  
20 d) se apropriado, uma carga.

Polímero a)

O polímero é obténível por polimerização de radicais livres de compostos etilenicamente insaturados (monômeros).

25 O polímero consiste preferivelmente de uma extensão de pelo menos 40 % em peso, preferivelmente de uma extensão de pelo menos 60 % em peso, mais preferível de uma extensão de pelo menos 80 % em peso, de monômeros principais.

Os monômeros principais são selecionados de (met)acrilatos de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos compreendendo até

20 átomos de carbono, vinilaromáticos tendo até 20 átomos de carbono, nitrilas etilenicamente insaturadas, haletos de vinila, éteres vinílicos de álcoois compreendendo de 1 a 10 átomos de carbono, hidrocarbonetos alifáticos tendo de 2 a 8 átomos de carbono, e uma ou duas ligações duplas,  
5 ou misturas destes monômeros.

Os (met)acrilatos de alquila incluem, por exemplo, (met)acrilatos de alquila tendo um radical de alquila  $C_1-C_{10}$ , tal como o metacrilato de metila, o acrilato de metila, o acrilato de n-butila, o acrilato de etila e o acrilato de 2-etilexila.

10 Em particular, as misturas dos (met)acrilatos de alquila também são adequadas.

Os ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos, tendo de 1 a 20 átomos de carbono, são, por exemplo, o laurato de vinila, o estearato de vinila, o propionato de vinila, o versatato de vinila e o acetato de vinila.

15 Compostos úteis de vinilaromáticos incluem o viniltolueno, a- e p-metilestireno, o a-butilestireno, o 4-n-butilestireno, o 4-n-decilestireno e, de preferência, o estireno. Exemplos de nitrilas são a acrilonitrila e a metacrilonitrila.

20 Os haletos de vinila são os compostos etilenicamente insaturados substituídos por cloro, flúor ou bromo, preferivelmente o cloreto de vinila e o cloreto de vinilideno.

Os éteres vinílicos incluem, por exemplo, o éter vinil metílico ou o éter vinil isobutílico. Preferência é dada aos éteres vinílicos de álcoois compreendendo de 1 a 4 átomos de carbono.

25 Hidrocarbonetos tendo de 2 a 8 átomos de carbono e uma ou duas ligações duplas olefínicas, incluem o etileno, propileno, butadieno, isopreno e cloropreno.

Monômeros principais preferidos são os acrilatos e os metacrilatos de alquila  $C_1$  a  $C_{20}$ , especialmente os acrilatos e metacrilatos de

alquila C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, e os aromáticos vinílicos, especialmente o estireno, e misturas dos (met)acrilatos de alquila com o estireno.

Preferência muito particular é dada ao acrilato de metila, metacrilato de metila, acrilato de etila, acrilato de n-butila, acrilato de n-hexila, acrilato de octila e acrilato de 2-etilexila, estireno, e misturas destes monômeros.

O polímero mais preferido consiste em uma extensão de pelo menos 40 % em peso, em particular de pelo menos 60 % em peso, e o mais preferível em uma extensão de pelo menos 80 % em peso, de (met)acrilatos de alquila C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, especialmente C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>.

Além dos monômeros principais, o polímero pode compreender outros monômeros, por exemplo monômeros tendo grupos de ácido carboxílico, ácido sulfônico ou ácido fosfônico. Preferência é dada aos grupos de ácido carboxílico. Exemplos incluem o ácido acrílico, o ácido metacrílico, o ácido itacônico, o ácido maléico ou o ácido fumárico.

Outros monômeros são, por exemplo, também os monômeros contendo grupos hidroxila, especialmente os (met)acrilatos de hidroxialquila C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, a (met)acrilamida.

Outros monômeros adicionalmente incluem o mono(met)acrilato de feniloxietil glicol, o acrilato de glicidila, o metacrilato de glicidila, os (met)acrilatos de amino, tais como o (met)acrilato de 2-aminoetila.

Outros monômeros também incluem os monômeros de reticulação.

O polímero mais preferível compreende de 0,1 a 5 % em peso de monômeros com grupos de ácido carboxílico.

A temperatura de transição vítrea do polímero é preferivelmente de -60 a 0 °C, mais preferível de -60 a -10 °C, e o mais preferível de -60 a -20 °C.

A temperatura de transição vítrea pode ser determinada por métodos costumeiros tais como a termoanálise diferencial ou a calorimetria de varredura diferencial (ver, por exemplo, a ASTM 3418/82, temperatura de ponto médio).

5 Em uma forma de realização preferida, os polímeros são preparados por polimerização de emulsão; eles são, portanto, polímeros de emulsão.

A preparação pode, entretanto, por exemplo, também ser efetuada por polimerização de solução e subsequente dispersão em água.

10 Na polimerização de emulsão, os emulsificantes iônicos e/ou não iônicos e/ou os colóides protetores ou os estabilizadores, podem ser usados como compostos ativos interfaciais.

Uma descrição compreensiva de colóides protetores adequados pode ser encontrada em Houben-Weyl, *Methoden der organischen Chemie* [Methods of organic chemistry], Volume XIV/1, *Makromolekulare Stoffe* [Macromolecular substances], Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart, 1961, pp. 411 a 420. Emulsificantes úteis são os emulsificantes aniônicos, catiônicos e não iônicos. As substâncias ativas interfaciais usadas acompanhantes são de preferência exclusivamente emulsificantes, cujo peso molecular, ao contrário dos colóides protetores, situa-se, tipicamente, abaixo de 2000 g/mol. No caso do uso de misturas de substâncias ativas interfaciais, os componentes individuais naturalmente têm de ser compatíveis um com o outro, os quais podem ser conferidos no caso de dúvida com o auxílio de umas poucas experiências preliminares. As substâncias ativas interfaciais usadas são de preferência emulsificantes aniônicos e não iônicos. Emulsificantes acompanhantes úteis são, por exemplo, os álcoois graxos etoxilados (EO: 3 a 50, radical alquila: C<sub>8</sub> a C<sub>36</sub>), mono-, di- e trialquilfenóis etoxilados (EO: 3 a 50, radical alquila: C<sub>4</sub> a C<sub>9</sub>), sais de metais alcalinos de ésteres dialquílicos de ácido sulfossuccínico, e sais de metais alcalinos e

15  
20  
25



825 S, Emulan<sup>®</sup> OG, Texapon<sup>®</sup> NSO, Nekanil<sup>®</sup> 904 S, Lumiten<sup>®</sup> I-RA, Lumiten E 3065, Disponil FES 77, Lutensol AT 18, Steinapol VSL, Emulphor NPS 25.

5 A substância ativa interfacial é tipicamente usada nas quantidades de 0,1 a 10 % em peso, com base nos monômeros a serem polimerizados.

Iniciadores solúveis em água para a polimerização de emulsão são, por exemplo, os sais de amônio e de metais alcalinos do ácido peroxidissulfúrico, por exemplo o peroxidissulfato de sódio, o peróxido de 10 hidrogênio ou os peróxidos orgânicos, por exemplo o hidroperóxido de terc-butila.

Os sistemas iniciadores de redução-oxidação (oxi-redução) são também adequados.

Os sistemas iniciadores de oxi-redução consistem de pelo 15 menos um agente redutor, usualmente inorgânico, e um agente de oxidação inorgânico ou orgânico.

O componente de oxidação compreende, por exemplo, os iniciadores já mencionados acima para a polimerização de emulsão.

O componente de redução compreende, por exemplo, sais de 20 metais alcalinos de ácido sulfuroso, por exemplo o sulfito de sódio, hidrogenossulfito de sódio, sais de metais alcalinos de ácido dissulfuroso, tal como o dissulfito de sódio, os compostos de adição de bissulfito de aldeídos alifáticos e cetonas, tais como a acetonabissulfito, ou agentes de redução tais como o ácido hidroximetanossulfínico e seus sais, ou o ácido ascórbico. Os 25 sistemas iniciadores de oxi-redução podem ser usados com o uso adicional de compostos solúveis de metal, cujo componente metálico pode ocorrer em uma pluralidade de estados de valência.

Sistemas iniciadores de oxi-redução típicos são, por exemplo, o ácido ascórbico/sulfato de ferro(II)/peroxidissulfato de sódio, o

hidroperóxido de terc-butila/dissulfito de sódio, o hidroperóxido de terc-butila/ácido hidroximetanossulfínico de sódio. Os componentes individuais, por exemplo o componente de redução, podem também ser misturas, por exemplo uma mistura do sal sódico de ácido hidroximetanossulfínico e  
5 dissulfito de sódio.

Os compostos mencionados são comumente usados na forma de soluções aquosas, a concentração inferior sendo determinada pela quantidade de água aceitável na dispersão, e a concentração superior, pela solubilidade do composto em questão em água. Em geral, a concentração é de  
10 0,1 a 30 % em peso, preferivelmente de 0,5 a 20 % em peso, mais preferível de 1,0 a 10 % em peso, com base na solução.

A quantidade dos iniciadores é geralmente de 0,1 a 10 % em peso, preferivelmente de 0,5 a 5 % em peso, com base nos monômeros a serem polimerizados. É igualmente possível que uma pluralidade de  
15 diferentes iniciadores encontre uso na polimerização de emulsão.

Na polimerização, é possível usar reguladores, por exemplo nas quantidades de 0 a 0,8 parte em peso com base em 100 partes em peso dos monômeros a serem polimerizados, por meio dos quais a massa molar é reduzida. Exemplos de compostos adequados são aqueles que têm um grupo  
20 tiol, tal como a mercaptana terc-butílica, o tioglicolato de etilacrilóila, o mercaptoetanol, o mercaptopropiltrimetoxissilano ou a mercaptana tercdodecânica.

A polimerização em emulsão é efetuada geralmente de 30 a 130 °C, preferivelmente de 50 a 90 °C. O meio de polimerização pode consistir ou apenas de água ou de misturas de água com líquidos com ela  
25 miscíveis, tais como o metanol. Preferência é dada ao uso de apenas água. A polimerização de emulsão pode ser realizada ou como um processo de batelada ou na forma de um processo de alimentação, incluindo estágios ou métodos de gradiente. Preferência é dada ao processo de alimentação em que

uma porção do lote de polimerização é inicialmente carregada e aquecida até a temperatura de polimerização, a polimerização é iniciada e depois o remanescente do lote de polimerização, tipicamente através de uma pluralidade de alimentações espacialmente separadas, das quais uma ou mais  
5 compreenda os monômeros na forma pura ou emulsificada, é alimentado à zona de polimerização continuamente, em etapas ou com sobreposição de um gradiente de concentração, ao mesmo tempo em que se mantém a polimerização. Na polimerização, é também possível, por exemplo, inicialmente carregar uma semente polimérica para melhor ajuste do tamanho  
10 da partícula.

O modo em que o iniciador é acrescentado ao vaso de polimerização no decurso da polimerização de emulsão aquosa de radicais livres é conhecido da média das pessoas habilitadas na técnica. Ele pode ou ser inicialmente carregado completamente no vaso de polimerização ou ser  
15 adicionado continuamente ou em etapas de acordo com seu consumo no transcorrer da polimerização de emulsão aquosa de radicais livres. Especificamente, isto depende da natureza química do sistema iniciador e da temperatura de polimerização. Preferência é dada a inicialmente carregar-se uma porção e suprir-se o remanescente à zona de polimerização de acordo  
20 com o consumo.

Para remover os monômeros residuais, tipicamente também após o final da polimerização de emulsão real, isto é, após uma conversão dos monômeros de pelo menos 95 %, o iniciador é adicionado.

Os componentes individuais podem ser adicionados ao reator  
25 no processo de alimentação a partir de cima, no lado, ou a partir de baixo através do fundo do reator.

A polimerização em emulsão produz dispersões aquosas do polímero, geralmente com conteúdos de sólidos de 15 a 75 % em peso, preferivelmente de 40 a 75 % em peso.

No contexto da presente invenção, é dada preferência a um conteúdo de sólidos de 50 a 75 % em peso, em particular de 55 a 75 % em peso.

5 Para uma elevada produção de espaço-tempo do reator, é dada preferência às dispersões com um conteúdo de sólidos máximo. De modo a que se seja capaz de obter conteúdos de sólidos de mais de 60 % em peso, o tamanho de partículas bi- ou polimodal deve ser estabelecido, uma vez que a viscosidade de outra forma se torna muito elevada e a dispersão pode não mais ser manipulada. Uma nova geração de tamanho de partículas pode ser  
10 obtida, por exemplo pela adição de semente (EP 81 083), pela adição de quantidades excedentes de emulsificante ou pela adição de mini-emulsões. Uma outra vantagem que é associada com a baixa viscosidade em um elevado conteúdo de sólidos, é o comportamento melhorado do revestimento em altos conteúdos de sólidos. Uma nova geração de partículas/novas gerações de  
15 partículas podem ser obtidas a qualquer momento. Depende da distribuição de tamanho de partículas desejada para uma baixa viscosidade.

O polímero assim preparado é preferivelmente usado na forma de sua dispersão aquosa.

b)

20 A composição ainda compreende um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de derivados de diterpeno tricíclicos (referidos abreviadamente como diterpeno tricíclico).

Os terpenos são hidrocarbonetos com 10 átomos de carbono (duas unidades de isopreno); os diterpenos são hidrocarbonetos que possuem  
25 20 átomos de carbono (4 unidades de isopreno). No diterpeno tricíclico, as 4 unidades de isopreno formam um sistema de três anéis com 3 anéis de 6 membros alifáticos conectados e substituintes alifáticos (grupos de alquila e um grupo de ácido carboxílico). A estrutura de base preferida é aquela do abietano.

No diterpeno tricíclico, a estrutura de base pode ser modificada, por exemplo, por reação química. Em particular, os átomos de hidrogênio podem ser substituídos por outros grupos orgânicos mediante reações químicas (derivados); em particular, uma possibilidade é uma esterificação do grupo de ácido carboxílico.

Os diterpenos tricíclicos compreendem ligações duplas não aromáticas; eles geralmente compreendem uma ou duas ligações duplas. As ligações duplas podem também ser hidrogenadas para formar ligações únicas; o conteúdo das ligações duplas no diterpeno tricíclico é preferivelmente de pelo menos 0,01 mol, mais preferível de pelo menos 0,05 mol, o mais preferível de pelo menos 0,1 mol, ou pelo menos 0,2 mol, por 100 g de diterpeno tricíclico; o conteúdo máximo no caso das duas ligações duplas por molécula é de aproximadamente 0,6 mol/100 g de diterpeno tricíclico.

A massa molar dos diterpenos cíclicos situa-se geralmente entre 264 (triciclo C<sub>20</sub>) e 400, dependendo do número e do tipo dos substituintes.

Os diterpenos tricíclicos podem ser preparados sinteticamente; preferência é dada ao uso de substâncias naturais. As substâncias naturais incluem, em particular, o ácido abiético, o ácido neoabiético, o ácido levopimárico, o ácido pimárico, o ácido isopimárico e o ácido palústrico. O ácido abiético e os derivados de ácido abiético são também conhecidos predominantemente como colofônias.

Misturas adequadas são, em particular, também aquelas de diterpenos tricíclicos quimicamente diferentes; tais misturas podem ser preparadas de uma maneira controlada; é possível, em particular, usar misturas naturais como ocorrem na natureza, ou são obtíveis pelo processamento de materiais brutos naturais. Menção deve ser feita, em particular, à resina *tall* que é obtida dos pinheiros.

O diterpeno tricíclico preferivelmente tem uma temperatura de

transição vítrea de 0 a 90 °C, mais preferível de 40 a 85 °C.

A quantidade do diterpeno tricíclico é preferivelmente de 1 a 300 partes em peso, mais preferível de 10 a 150 partes em peso, e o mais preferível de 30 a 120 partes em peso, por 100 partes em peso do polímero.

5 c)

A composição aquosa ainda compreende um sal de metal de um ácido orgânico.

10 Tais sais de metal são conhecidos como catalisadores para curar a película oxidante, e são também conhecidos sob o termo de “secantes”.

15 Metais úteis incluem tanto os metais do grupo principal quanto do grupo de transição. Exemplos de metais do grupo principal incluem os metais alcalino-terrosos, especialmente o cálcio, mas também o chumbo. Preferência é dada aos metais do grupo de transição: exemplos incluem o ferro, o cobalto, o vanádio e o manganês. Preferência particular é dada ao cobalto e ao manganês; preferência muito particular é dada ao manganês. O metal está presente como o cátion no sal de metal.

20 O ácido orgânico é preferivelmente um ácido carboxílico que está presente como o ânion de carboxilato no sal. O ânion de carboxilato preferivelmente tem pelo menos 4, em particular pelo menos 6, átomos de carbono, mais preferível pelo menos 8 e o mais preferível pelo menos 10 átomos de carbono. Eles podem ser carboxilatos alifáticos, especialmente também carboxilatos cicloalifáticos e também carboxilatos alifáticos insaturados ou misturas destes. Exemplos úteis incluem os assim chamados  
25 ácidos naftênicos (estes são ácidos ciclohexanocarboxílicos, ácidos ciclopentanocarboxílicos, ou misturas destes) ou ácidos graxos lineares tendo de 8 a 24 átomos de carbono, tais como o ácido oléico ou o ácido linoleico.

A quantidade do sal de metal é preferivelmente de 0,001 a 10 partes em peso, mais preferível de 0,005 a 1 parte em peso, e o mais preferível

de 0,01 a 0,5 parte em peso, com base no diterpeno tricíclico.

d)

Em uma forma de realização preferida, o adesivo compreende cargas.

5 Cargas úteis são, em particular, cargas inorgânicos, mais preferível pigmentos brancos. Exemplos incluem o carbonato ou os silicatos de cálcio. O carbonato de cálcio moído fino ou precipitado (giz) ou a farinha de quartzo têm, por exemplo, um diâmetro médio de partícula geralmente entre 2 e 100  $\mu\text{m}$ ; entretanto, partículas mais grossas são também úteis.

10 A quantidade das cargas pode, por exemplo, ser de 10 a 400 partes em peso por 100 partes em peso do polímero.

#### OUTROS DETALHES DA COMPOSIÇÃO

15 Além dos constituintes a) a d), a composição aquosa pode conter outros constituintes; exemplos incluem os espessantes, desespumantes, conservantes ou agentes umectantes e auxiliares de dispersão.

Os agentes umectantes são, por exemplo, os etoxilatos de álcool graxo, os alquilfenoletoxilatos, os ésteres sulfossuccínicos, os etoxilatos de nonilfenol, os polioxietilenos/-propilenos ou os dodecilsulfonatos de sódio.

20 Os agentes umectantes podem estar presentes na composição aquosa, por exemplo, nas quantidades de 0 a 5 partes em peso, os espessantes nas quantidades de 0 a 10 partes em peso, os conservantes nas quantidades de 0 a 3 partes em peso, e os desespumantes nas quantidades de 0 a 10 partes em peso, por 100 partes em peso do polímero (sólido, sem solvente).

25 Para muitas aplicações, a composição aquosa é de preferência essencialmente livre, preferivelmente livre, de solventes orgânicos e plastificantes, por exemplo o acetato de butila, tolueno ou ésteres ftálicos. Ela, portanto, compreende compostos orgânicos tendo um ponto de ebulição abaixo dos 300 °C na pressão padrão (1 bar) nas quantidades preferivelmente

abaixo de 0,5 parte em peso, mais preferível abaixo de 0,1 parte em peso, mais preferível abaixo de 0,05 parte em peso e, especialmente, abaixo de 0,01 parte em peso por 100 partes em peso do polímero (sólido, sem solvente). A composição, mais preferivelmente, satisfaz as exigências de autonomia das emissões, como definida pela Associação Alemã para o controle das Emissões nos Produtos para Instalação de Pisos.

As emissões são determinadas por um método de teste de câmara. O adesivo para pisos para a composição da invenção é aplicado em 300 g/m<sup>2</sup> a uma placa de vidro, cujo tamanho é orientado pelo volume da câmara. A carga da câmara é de 0,4 m<sup>2</sup> da placa de vidro revestida por metro cúbico do volume da câmara. As condições de emissão na câmara de testes de aço inoxidável (volume de pelo menos 125 litros) são de 23 °C, 50 % de umidade relativa do ar, e mudança horária do ar, que ocasiona uma troca de todo o ar a cada 2 horas. Após 10 dias, as emissões de longo prazo são determinadas. Para este fim, um volume definido da corrente de ar é passado através dos adsorventes. Após a dessorção, as substâncias emitidas são determinadas por cromatografia gasosa (acoplamento de GC-MS) ou por cromatografia líquida. As emissões de longo prazo são determinadas em mg/m<sup>3</sup>, o tolueno sendo usado como a substância padrão. As substâncias emitidas, cuja concentração de câmara seja maior do que 20 mg/m<sup>3</sup>, são identificadas e calibradas com a substância pura identificada. As substâncias emitidas, cuja concentração de câmara seja de menos do que 20 mg/m<sup>3</sup>, não são identificadas individualmente. Nestes casos, a calibração é efetuada com tolueno.

Os valores de todas substâncias são adicionados.

No caso da composição da invenção, o valor da emissão para o total de todos os compostos orgânicos é preferivelmente de não mais do que 1500 mg/m<sup>3</sup> e, em particular, não mais do que 500 mg/m<sup>3</sup>.

A composição aquosa não requer nenhum conteúdo de outros

reticuladores. A composição preferivelmente não compreende quaisquer grupos de oxazolina e, mais preferível, também não compreende qualquer óleo de secagem ou quaisquer outros reticuladores.

5 O adesivo aquoso pode ser preparado de uma maneira simples, por exemplo pela adição dos constituintes b) a d) e, se apropriado, outros aditivos, à dispersão polimérica aquosa do polímero obtido na polimerização de emulsão com agitação.

10 O conteúdo de sólidos da composição aquosa é preferivelmente de 50 a 95 % em peso, mais preferível de 60 a 90 % em peso e o mais preferível de 70 a 85 % em peso, o conteúdo de água da composição aquosa é conseqüentemente de preferência de 5 a 50 % em peso, mais preferível de 10 a 40 % em peso, e o mais preferível de 15 a 30 % em peso.

#### USO

15 A composição da invenção é adequada, em particular, como um adesivo.

Em particular, a composição é adequada como um adesivo de um componente (1K), isto é, como um adesivo que, antes do uso, não requer nenhuma adição de um reticulador ou de outros compostos reativos. O adesivo, portanto, já compreende todos os constituintes necessários e é estável em armazenagem.

20 A composição da invenção pode ser usada para a ligação permanente de quaisquer moldagens. As moldagens a serem ligadas podem consistir de uma ampla variedade de diferentes materiais, por exemplo de madeira, metal, plásticos, couro, cerâmica ou outros materiais; as moldagens a serem ligadas podem também ser produzidas do mesmo ou de diferentes materiais. Tais adesivos são também conhecidos como adesivos industriais ou adesivos de montagem.

A composição é muito adequada como um adesivo para coberturas de pisos. Coberturas de pisos úteis incluem tanto as coberturas de

pisos flexíveis como os forros de tapetes, quanto as coberturas de pisos inflexíveis tais como assoalhos de tacos ou laminados.

As coberturas de pisos a serem ligadas a adesivo mais preferivelmente são coberturas de pisos flexíveis.

5 As coberturas de pisos flexíveis são especialmente forros de tapetes ou outras coberturas de pisos, por exemplo produzidas de PVC (em projetos como coberturas de múltiplas camadas o coberturas homogêneas), coberturas de espuma com substrato têxtil (por exemplo juta), malha de poliéster, coberturas de borracha, coberturas têxteis, por exemplo também  
10 com diferentes forros (por exemplo espuma de poliuretano, espuma de estireno-butadieno, forro secundário têxtil), coberturas de pisos de feltro-agulha, coberturas de poliolefina ou coberturas de linóleo.

Estas coberturas de pisos flexíveis podem ser ligadas com adesivos aos substratos, por exemplo feitos de madeira, plástico, substratos  
15 minerais tais como substratos de ripas, concreto, ladrilhos de cerâmica, metais, e outros.

O adesivo pode, por exemplo, ser aplicado ao substrato com um aplicador dentado; a cobertura de pisos é então colocada em cima.

O uso da invenção alcança um bom nível de propriedades de  
20 desempenho, tais como a resistência ao descascamento, a resistência ao cisalhamento, resistência inicial, tempo de exposição e resistência ao calor. A composição, isto é, o adesivo, é simples de se produzir (o secante c), apenas necessita ser agitado) e é facilmente processável em uso também devido à sua reologia. Em particular, é também estável em armazenagem; a formação de  
25 pele sobre a superfície do adesivo pode meramente ser observada até após dias, caso ocorra.

## EXEMPLOS

### 1. PREPARAÇÃO DOS POLÍMEROS MEDIANTE POLIMERIZAÇÃO DE EMULSÃO

Polímeros diferentes A) foram preparados pela polimerização de emulsão costumeira com o uso de uma semente de poliestireno (0,2 parte em peso por 100 partes em peso dos monômeros) e 0,5 parte em peso de persulfato de sódio como um iniciador e 1 parte em peso de Disponil<sup>®</sup> FES 77 (um sulfato de sódio etoxilado, Cognis Deutschland GmbH & Co. KG, Düsseldorf) e 0,5 parte em peso de Lumiten<sup>®</sup> -ISC (éster succínico, BASF AG) como emulsificantes.

A composição dos polímeros é especificada na Tabela 1:

Tabela 1: Dispersões Poliméricas 1 a 5

Partes em peso	1	2	3	4
EA			31,5	
MA	9			19
MMA		10,5		
AA	2	2	2	2
AN	5			
BA	84	87,5	66,5	79
tDMK	0,3	0,3	0,3	0,3
SC % em peso	55,6	54,7	54,9	54,9

EA: acrilato de etila

MA: acrilato de metila

MMA: metacrilato de metila

AA: ácido acrílico

AN: acrilonitrila

BA: acrilato de n-butila

tDMK: regulador de peso molecular de mercaptana terc-dodecânica (partes em peso por 100 partes em peso dos monômeros são relatadas)

SC: conteúdo de sólidos

10

## 2. COMPOSIÇÃO DOS ADESIVOS AQUOSOS

As dispersões poliméricas 1 a 5 foram ajustadas a um conteúdo de sólidos de 55 %, e os outros constituintes foram adicionados à dispersão polimérica e agitados.

Os adesivos têm a seguinte composição:

15

27,3 % em peso de dispersão polimérica, ajustada a pH 8 com

		NaOH
	9,3 % em peso	de solução de Latekol <sup>®</sup> (3 % de intensidade) (espessador, BASF AG)
5	19,0 % em peso	de derivado de ácido abiético (mistura de 45 % em peso de Dercol M10-B, Willers, Engel & Co., Hamburgo e 55 % em peso de Bremasin 1205, Robert Krämer GmbH & Co. KG, Rastede)
10	0,2 % em peso	de Agitan <sup>®</sup> 282 (defoamer, Münzing Chemie GmbH, Heilbronn)
	1,0 % em peso	dispersante de pigmento <sup>®</sup> NL (auxiliar dispersante, BASF AG)
	43,2 % em peso	de carbonato de cálcio (Ulmer Weiß XM, Eduard Merkle GmbH & Co., Blaubeuren)
15	0,1 ou 0,5 % em peso	de Soligen Mangan 6 <sup>®</sup> aqua (secante, Borchers GmbH, Langenfeld)

## II. TESTE DE DESEMPENHO

### RESISTÊNCIA INICIAL (GS)

O adesivo é descarregado com um revestidor DIN sobre um  
 20 painel de chapa de fibra de cimento (20 x 50 cm) na direção da remoção. Coberturas do piso de feltro agulha (tiras de NFC) são colocadas no leito adesivo após 10 minutos e pressão é produzida com um rolete de 2,5 kg mediante rolamento de um lado para outro por 3 vezes. Nos intervalos estabelecidos, as coberturas são arrancadas com um verificador de liberação e  
 25 o aumento na resistência do descascamento é determinado em N 5 cm.

### TEMPO DE EXPOSIÇÃO (OT)

O adesivo é aplicado com um revestidor DIN a um painel de chapa de fibra de cimento (20 x 50) na direção da remoção. A quantidade aplicada é de aproximadamente 250 a 300 mg/m<sup>2</sup>. Tiras de PVC são

colocadas no leito adesivo após diferentes tempos e pressão é produzida com um rolete de 2,5 kg mediante rolamento de um lado para outro (3x). As tiras são então arrancadas com um verificador de liberação e a resistência do descascamento é determinada em N/5 cm.

## 5 RESISTÊNCIA AO CALOR

Painéis de chapa de fibra de cimento foram dotados de cobertura de piso de PVC (superfície de ligação do adesivo 5 x 2 cm) e armazenados sob condições climáticas padrão (1 bar, 23,5 °C) por 14 dias. Eles foram então tratados pelo calor em 50 °C em um gabinete de secagem a ar forçado por 30 minutos, depois solicitados em uma posição suspensa com uma carga de 2 kg. O tempo levado para a ligação adesiva separar-se é tomado como uma medida da resistência ao calor.

## RESISTÊNCIA DINÂMICA AO CISALHAMENTO

Blocos de madeira foram revestidos com o adesivo (revestidor: largura da separação de 3,3 mm, profundidade da separação 3 mm) e sobreposição da ligação dos adesivos entre si (superfície ligada do adesivo 26 x 23 mm) e pressão produzida com um peso de 2 quilos por 1 minuto. Após o período de armazenagem especificado sob condições climáticas padrão (1 bar, 23,5 °C), a resistência ao cisalhamento (em N/mm<sup>2</sup>) foi testada em um verificador de tensão.

Os resultados acham-se listados na Tabela 3.

TABELA 3

Dispersão	1	1	1	2	2	2
Secante em % em peso	0	0,1	0,5	0	0,1	0,5
GS [N/5 cm]						
10 minutos	12	9	9	9	9	10
15 minutos	22	19	17	17	17	16
20 minutos	29	26	28	24	23	25
30 minutos	41	39	42	31	32	33
OT [N/5 cm]						
10 minutos	1	1	2	2	4	1
20 minutos	5	5	10	4	3	9
30 minutos	2	2	3	2	1	3
45 minutos	1	1	2	1	1	1

HR [minutos]	34	105	>1440	13	>1440	>1440
Resistência dinâmica ao cisalhamento [N/mm <sup>2</sup> ]						
Após armazenagem por 7 dias	1,4	1,6	2,0	0,7	1,4	1,8
Após armazenagem por 14 dias	1,2	2,9	2,8	1,0	1,9	2,7

Dispersão	3	3	3	4	4	4
Secante em % em peso	0	0,1	0,5	0	0,1	0,5
GS [N/5 cm]						
10 minutos	15	12	13	10	10	8
15 minutos	24	19	21	22	17	12
20 minutos	28	27	27	27	25	23
30 minutos	38	33	33	34	31	32
OT [N/5 cm]						
10 minutos	1	1	3	2	1	1
20 minutos	8	8	7	4	6	8
30 minutos	2	3	7	2	3	4
45 minutos	2	2	2	1	2	4
HR [minutos]	74	>1440	>1440	53	>1440	>1440
Resistência dinâmica ao cisalhamento [N/mm <sup>2</sup> ]						
Após armazenagem por 7 dias	0,9	1,3	1,3	1,1	1,4	1,8
Após armazenagem por 14 dias	0,9	1,8	2,1	1,1	2,2	2,4

## REIVINDICAÇÕES

1. Composição aquosa, caracterizada pelo fato de que compreende:

a) um polímero obtível por polimerização de radicais livres

5 b) um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de diterpeno tricíclicos (referidos coletivamente abreviando-se como diterpenos tricíclicos).

c) um sal de metal de um ácido orgânico

d) se apropriado, carga.

10 2. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polímero foi formado a uma extensão de pelo menos 40 % em peso de monômeros principais selecionados de (met)acrilatos de alquila  $C_1$  a  $C_{20}$ , ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos compreendendo até 20 átomos de carbono, vinilaromáticos tendo até 20 átomos de carbono, nitrilas

15 etilenicamente insaturadas, haletos de vinila, éteres vinílicos de álcoois compreendendo de 1 a 10 átomos de carbono, hidrocarbonetos alifáticos tendo de 2 a 8 átomos de carbono, e uma ou duas ligações duplas, ou misturas destes monômeros.

20 3. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o polímero consiste em uma extensão de pelo menos 40 % em peso de (met)acrilatos de alquila  $C_1$  a  $C_{20}$ .

4. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que a temperatura de transição vítrea do polímero é de  $-60$  a  $0$  °C.

25 5. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizada pelo fato de que o polímero é um polímero de emulsão e o polímero está presente na forma de uma dispersão polimérica aquosa.

6. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizada pelo fato de que o conteúdo de sólidos

da dispersão polimérica aquosa é de 50 a 75 % em peso, em particular de 55 a 70 % em peso.

5 7. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de que o diterpeno tricíclico é ácido abiético.

8. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizada pelo fato de que o diterpeno tricíclico é uma mistura natural de diterpenos, especialmente a resina *tall*.

10 9. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizada pelo fato de que o diterpeno tem um conteúdo de ligações duplas de pelo menos 0,01 mol por 100 g de diterpeno tricíclico.

10. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizada pelo fato de que a quantidade do diterpeno tricíclico é de 1 a 300 partes em peso por 100 partes em peso do polímero.

15 11. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizada pelo fato de que o sal de metal é o sal de um ácido carboxílico, isto é, é um carboxilato.

20 12. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizada pelo fato de que o sal de metal é o sal de um ácido carboxílico tendo pelo menos 6 átomos de carbono.

13. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizada pelo fato de que o sal de metal é o sal de cobalto ou, especialmente, manganês.

25 14. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizada pelo fato de que a quantidade do sal de metal é de 0,001 a 10 partes em peso por 100 partes em peso de diterpeno.

15. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizada pelo fato de que compreende de 10 a 400 partes em peso de cargas com base em 100 partes em peso do polímero.

16. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizada pelo fato de que o conteúdo dos compostos orgânicos tendo um ponto de ebulição abaixo de 300 °C (1 bar) na composição, é de menos do que 0,5 % em peso.

5 17. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizada pelo fato de que não compreende quaisquer grupos de oxazolina.

10 18. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, caracterizada pelo fato de que não compreende quaisquer outros reticuladores.

19. Composição de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizada pelo fato de que o conteúdo de sólidos da composição é de 50 a 95 % em peso.

15 20. Uso da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de ser como um adesivo.

21. Uso da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de ser como um adesivo de um componente (1K), isto é, como um adesivo que, antes do uso, não necessite de qualquer adição de um outro reticulador ou de outros compostos reativos.

20 22. Uso da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de ser como um adesivo para coberturas de pisos.

25 23. Uso da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de ser como um adesivo para coberturas flexíveis de pisos, especialmente para forros de tapetes.

24. Uso da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de ser como um adesivo para coberturas de pisos, em que o adesivo é aplicado ao substrato e a cobertura do piso é então colocada em cima.

RESUMO

## “COMPOSIÇÃO AQUOSA, E, USO DA MESMA”

5 Composição aquosa compreendendo a) um polímero obtenível por polimerização de adição de radicais livres, b) um derivado de diterpeno tricíclico ou uma mistura de derivados de diterpeno tricíclico (referidos coletivamente abreviando-se como diterpeno tricíclico), c) um sal de metal de um ácido orgânico, e d) opcionalmente carga.