



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

**(21) PI 1104030-0 A2**



**(22) Data de Depósito:** 29/08/2011

**(43) Data da Publicação:** 14/07/2015  
**(RPI 2323)**

**(54) Título:** DISPERSÃO AQUOSA DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, MÉTODO PARA FABRICAÇÃO DE DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO, MÉTODO PARA A MELHORIA DA ADESÃO DE FIBRAS DE REFORÇO À BORRACHA RETICULADA E/OU ELASTÔMEROS, FIBRAS COM ADESÃO MELHORADA, USO DAS DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX E USO DA FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO

**(51) Int.Cl.:** C09J161/12; C09J113/02; C08L61/12

**(30) Prioridade Unionista:** 30/08/2010 EP 10174547.9, 16/03/2011 EP 11158503.0, 16/03/2011 EP 11158503.0, 30/08/2010 EP 10174547.9

**(73) Titular(es):** Rhein Chemie Rheinau GMBH

**(72) Inventor(es):** André Palzer, Henning Austmann, Peter Schuster, Wilhelm Laufer

**(57) Resumo:** DISPERSÃO AQUOSA DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, MÉTODO PARA FABRICAÇÃO DE DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO, MÉTODO PARA A MELHORIA DA ADESÃO DE FIBRAS DE REFORÇO À BORRACHA RETICULADA E/OU ELASTÔMEROS, FIBRAS COM ADESÃO MELHORADA, USO DAS DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX E USO DA FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO. A presente invenção se refere a novas dispersões aquosas de resorcinaformaldeído-látex, contendo pelo menos um diisocianato desativado superficialmente, um método para sua fabricação e seu uso para a melhoria de adesão no pneu

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: “DISPERSÃO AQUOSA DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, MÉTODO PARA FABRICAÇÃO DE DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO, MÉTODO PARA A MELHORIA DA ADESÃO DE FIBRAS DE REFORÇO À BORRACHA Reticulada e/ou Elastômeros, Fibras com Adesão Melhorada, Uso das Dispersões Aquosas de Resorcina-formaldeído-látex e uso da formulação de promotores de adesão”.

A presente invenção se refere a novas dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, contendo pelo menos um diisocianato desativado superficialmente, um método para sua fabricação e seu uso para a melhoria de adesão no pneu.

Dispersões de resorcina-formaldeído-látex (imersão RFL) conseguiram se impor especialmente no ramo de pneus, uma vez que essas melhoram a adesão do tecido de plástico (corda) à borracha.

No caso de poliéster como material para a corda, existe, entretanto, a desvantagem de que as características da imersão RFL que conferem a adesão não são suficientes.

Tentou-se, por esse motivo, eliminar essa desvantagem através da adição de isocianatos diméricos, o que, aliás, fracassou por conta do baixo desempenho e da baixa estabilidade ao armazenamento.

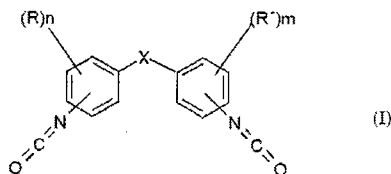
Para melhorar a adesão na utilização de corda de poliéster ao pneu/borracha, são adicionados à imersão RFL isocianatos bloqueados com caprolactamas (ver US A 20080300347). Esses possuem, por sua vez, a desvantagem de que, na seqüência do processo, são separados isocianatos monoméricos tóxicos.

Além disso, é conhecido de EP-A 2159241 o emprego de 4,4'-difenilmetano diisocianato e 2,4-difenilmetano diisocianato (MDI) microencapsulado dimérico para a melhoria das características que conferem adesão. As substâncias descritas ali, no entanto, têm as desvantagens de que são ativas apenas a temperaturas > 200°C, de que são necessárias altas concentrações, de que são caras e de que não estão disponíveis comercialmente.

Objeto da presente invenção é, portanto, prover dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex que não apresentam as desvantagens do estado da técnica.

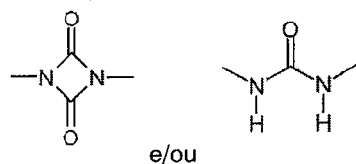
As dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, contendo pelo menos um diisocianato desativado superficialmente à base de 2,4-tolueno diisocianato (TDI) ou de TDI substituído, proporcionam uma excelente adesão mesmo em pequenas concentrações.

Objetos da presente invenção são, portanto, dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, contendo pelo menos um diisocianato de acordo com a fórmula (I)



35

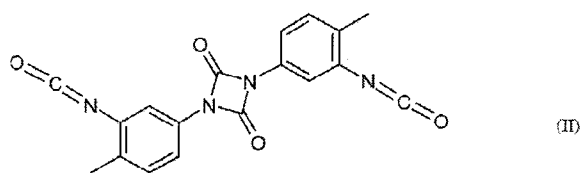
com X=



em que n, m podem ser iguais ou diferentes e correspondem a 1, 2, 3 ou 4 e que R e R' podem ser iguais ou diferentes e significam alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

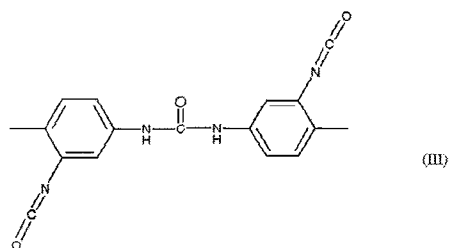
que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

- 5 Em uma modalidade preferencial da invenção, no caso do diisocianato, se trata de um composto da fórmula (II)



que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

- 10 Em outra, igualmente preferencial modalidade da invenção, no caso do diisocianato, se trata de um composto da fórmula (III)



que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

- 15 Os diisocyanatos de acordo com a fórmula (I) são obteníveis comercialmente ou podem ser fabricados pelos métodos conhecidos do especialista, como, por exemplo, descrito em J. Prakt. Chem. 1999, 341, nº 7.

Os diisocyanatos de acordo com a fórmula (II) são obteníveis comercialmente, por exemplo, da empresa Rhein Chemie Rheinau GmbH com o nome comercial Addolink® TT ou Rhenocure® TT.

Os diisocyanatos de acordo com a fórmula (III) podem ser fabricados pelos métodos conhecidos do estado da técnica, como descrito, por exemplo, em DE-A-3438527.

- 20 Os diisocyanatos empregados são, preferencialmente, sólidos e possuem, de forma especialmente preferencial, um tamanho de partículas <50µm.

- 25 Para a desativação superficial (microencapsulamento) são empregáveis como amina todos os compostos aminofuncionais. Preferencialmente se trata aqui de aminas multifuncionais primárias e secundárias, especialmente preferencial de aminas alifáticas multifuncionais. Aminas apropriadas de acordo com a invenção são, especialmente, selecionadas do grupo constituído de cíclicas e alifáticas, de cadeia linear ou ramificada (C<sub>2</sub>-C<sub>14</sub>)- alquilaminas, -diaminas e -poliaminas, especialmente (C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>)- alquilaminas, -diaminas e -poliaminas, preferencialmente (C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)- alquilaminas, -diaminas e -poliaminas, em que a cadeia de amina pode ser pelo menos parcialmente ou também integralmente

interrompida por heteroátomos, especialmente oxigênio ou enxofre, e/ou em que a cadeia de amina pode conter outros substituintes como, por exemplo, grupos hidroxila, grupos carboxila, halogênio ou similares.

5 Como exemplos de aminas apropriadas de acordo com a invenção, podem ser mencionados os seguintes compostos: 2-pentametileno-1,5-diamina e seus isômeros e homólogos como, por exemplo, 1,6-hexametilenodiamina; di-sec-butilamina; etilenodiamina; 1,3-propilenodiamina; dietilenotriamina; trietilenotetramina; 3,3'-dimetil-4,4'-diaminodieciclohexilmetano; metilnonanodiamina; isoforonodiamina; 4,4'-diaminodieciclohexilmetano; alcanolaminas e alcanoldiaminas como etanolamina e dietanolamina e/ou amidoaminas. Aqui, são muito  
10 especialmente preferenciais 2-metil-pentametileno-1,5-diamina e seus isômeros e homólogos como, por exemplo, 1,6-hexametilenodiamina.

De forma especialmente preferencial se trata, aqui, de aminas multifuncionais primárias ou secundárias, especialmente preferenciais aminas multifuncionais alifáticas como, por exemplo, Jeffamine® T 403 da empresa Huntsman, diisopropanolamina da empresa BASF AG ou  
15 amidoaminas, como Versamid® 140 da empresa Cognis ou Euretek 505 da empresa Witco. Aqui se trata, especialmente, de compostos com grupos hidrófilos, como, especialmente, grupos amino ou hidroxila que podem reagir com os grupos isocianato livres do diisocianato sólido e, assim, formar uma cobertura superficial sobre os isocianatos, a qual, primeiramente, desativa os isocianatos, assim, por exemplo, aminas, diaminas e poliaminas.

20 Em uma modalidade preferencial da invenção, é usado como agente de desativação superficial uma mono, di ou poliamina de baixo peso molecular com um ou mais grupos amino primários ou secundários, e em tais quantidades que o grau de desativação (DG), calculado como relação de equivalência de grupos amino do agente de desativação superficial para a carbodiimida a ser desativada ( $n \text{ NH}_2/n \text{ NCO}$ ), fica entre 0,9 e 5 % de equivalência.

25 O agente de desativação superficial pode, especialmente, apresentar um peso molecular de até MG 600 g/mol.

Nesse caso, são preferenciais concentrações de agente de desativação superficial (amina, relativas à quantidade de promotor de adesão, de 1 a 10% em peso e especialmente preferenciais de 2 a 5% em peso.

30 A desativação superficial ocorre, preferencialmente, por adição da amina a uma dispersão aquosa do diisocianato, a qual eventualmente ainda contém agente de dispersão e agentes anti-sedimentação, por agitação e/ou moagem. Entretanto, também é possível executar a desativação superficial através da adição da amina em uma dispersão orgânica, por exemplo, em álcool, tolueno etc., do diisocianato.

35 Para o processo de agitação/moagem podem ser empregadas máquinas usuais de mercado, como, por exemplo, moinho de esferas, dissolvidor e/ou misturador de palhetas.

A desativação dos diisocianatos ocorre de forma em si conhecida, ver, especialmente, EP 0 205 970 A e US-A-4 888 124, cujo conteúdo está compreendido pela presente em sua integridade, por exemplo, através de:

- 40
- a. dispersão do diisocianato sólido pulverulento em uma solução da amina ou
  - b. adição da amina ou de uma solução da amina a uma dispersão do diisocianato sólido de

finas partículas.

..A desativação superficial pode, aqui, ocorrer em água e/ou em solventes orgânicos.

A dispersão aquosa pode, além disso, conter ainda outros aditivos, como, por exemplo, adjuvantes reológicos (agentes anti-sedimentação), como, por exemplo, Borchí@Gel ALA (OMG  
5 Borchers GmbH) ou Kelzan®S, obtível da empresa Monsanto, ou também Tragacanth, obtível da empresa R.T. Vanderbilt, estabilizadores, emulsificadores, agentes molhantes e/ou dispersantes, como, por exemplo, Tamol® NN 9104 da empresa BASF AG ou Aerosol® OT45 da empresa Cytec Surface Specialities GmbH, Dispersogen® HR da empresa Clariant International Ltd.

10 No caso das dispersões de resorcina-formaldeído-látex, no contexto da invenção, se trata de pelo menos uma dispersão dos componentes individuais resorcina e formaldeído e/ou formaldeído juntamente com um pré-condensado de resorcina e formaldeído (por exemplo, Rhenosin® T da empresa Rhein Chemie Rheinau GmbH e Penacolite® 50 obtível da empresa Indspec Chemical Corp.) e uma ou mais das dispersões de látex descritas a seguir.

15 Como dispersão de látex, no contexto da invenção, devem ser considerados todos os látex conhecidos do estado da técnica, como, por exemplo, látex XSBR (copolímeros carboxilados de estireno butadieno), látex HS-SBR (copolímeros de estireno butadieno), copolímeros de nitrilo butadieno (látex NBR), látex CR (policloropreno), látex PSBR (copolímeros de piridina estireno butadieno) e/ou copolímeros de acrilato (copolímeros de acrilato puro e/ou de acrilato de estireno (látex acrílico) e/ou látex de copolímero de estireno butadieno vinil piridina, em que látex de  
20 copolímero de estireno butadieno vinil piridina (por exemplo, Pliocord VP 106, obtível da empresa Eliochem) são preferenciais. Aqui se trata de substâncias usuais de mercado, por exemplo, obtíveis da empresa Polymer Latex GmbH ou da empresa Eliokem.

A dispersão de resorcina-formaldeído-látex é, aqui, obtida preferencialmente por mistura de uma mistura básica aquosa de resorcina e formaldeído ou, preferencialmente, de uma mistura básica  
25 aquosa de formaldeído e o pré-condensado de resorcina e formaldeído em uma mistura de látex básica aquosa.

A relação de resorcina para formaldeído é de, preferencialmente, 1:1 a 2,5:1.

A relação de látex, em relação à sua parcela de sólidos, para o condensado de resorcina e formaldeído é de, preferencialmente, 10:1 a 4:1, especialmente de 6:1.

30 No caso das soluções básicas aquosas empregadas se trata, preferencialmente, de soluções aquosas de hidróxido de sódio e/ou hidróxido de amônio. Aqui são preferenciais valores de pH de 10 – 11.

Nesse caso, os diisocianatos desativados superficialmente são empregados, preferencialmente, em quantidades de 0,5 a 10%, especialmente preferencial de 5-8%, relativa à  
35 parcela de sólidos na dispersão de resorcina-formaldeído-látex.

Objeto da presente invenção é, além disso, um método para a fabricação de dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, pelo qual, para a desativação superficial, é fabricado pelo menos um diisocianato de acordo com as fórmulas (I) a (III) com pelo menos uma amina ou

- 40 a. por dispersão de pelo menos um diisocianato pulverulento de acordo com as fórmulas (I) a (III), preferencialmente um diisocianato sólido, em uma solução de pelo menos uma amina ou  
b. por adição de pelo menos uma amina ou de uma solução de pelo menos uma amina a

uma dispersão de pelo menos um dos diisocianatos de acordo com as fórmulas (I) a (III), e que, subsequente

é adicionado por mistura na dispersão de resorcina-formaldeído-látex ou que a dispersão de resorcina-formaldeído-látex é adicionada por mistura a essas soluções de a) ou b).

5 A mistura por adição dos diisocianatos desativados na dispersão de resorcina-formaldeído-látex ou da dispersão de resorcina-formaldeído-látex no diisocianato desativado ocorre, aqui, com equipamentos de mistura usuais de mercado como, por exemplo, tanques de agitação e dispersores.

10 Objetos da presente invenção são, além disso, formulações de promotores de adesão contendo pelo menos uma dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex de acordo com a invenção e, adicionalmente, pelo menos um agente de ativação.

Agentes de ativação, no contexto da invenção, são, por exemplo, epóxidos como o éter glicídico GE 500 da empresa Raschig, bisfenol A epóxi-novolaca da empresa Editya Birla Chemical etc.

15 Para a fabricação das formulações de promotores de adesão são, aqui, misturadas as dispersões de resorcina-formaldeído-látex com o diisocianato desativado superficialmente e, subsequente

20 Objeto da presente invenção é, além disso, um método para a melhoria da adesão de fibras de reforço sobre borracha reticulada ou elastômeros, pelo qual as fibras de reforço (fibras, cordas) são inseridas na formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção e depois são secadas ou

as fibras de reforço (fibras, cordas) são tratadas em uma ou mais etapas com um e/ou mais dos componentes da formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção.

25 Especialmente no caso do acima citado tratamento em várias etapas com, inicialmente, um ou mais componentes da formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção, a fibra pode ser secada também intermediariamente.

Na medida em que o método de acordo com a invenção acima citado for executado em várias etapas com um ou mais componentes da formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção, são possíveis, por exemplo, as seguintes modalidades:

30 Assim, por exemplo, a fibra de reforço pode ser inicialmente inserida em pelo menos um epóxido, eventualmente secada e, na seqüência, ser inserida na dispersão de resorcina-formaldeído-látex com pelo menos um diisocianato da fórmula (I), (II) e/ou (III) desativado superficialmente com uma amina ou

35 a fibra de reforço é, inicialmente, inserida em uma dispersão de pelo menos um epóxido e pelo menos um diisocianato desativado superficialmente da fórmula (I), (II) e/ou (III), eventualmente secada e, na seqüência, inserida em uma dispersão de látex que também contém resorcina e formaldeído ou formaldeído e um pré-condensado de resorcina-formaldeído.

40 No caso da borracha reticulada ou elastômero se trata, preferencialmente, de borracha de estireno butadieno (SBR), borracha de butadieno (BR), borracha natural (NR), borracha natural sintética (IR), elastômeros de poliuretano ou misturas desses.

Nos casos acima citados podem ser empregadas tanto fibras de reforço pré-ativadas (pré-

tratadas) quanto também fibras de reforço não pré-ativadas.

No caso das fibras de reforço pré-ativadas (pré-tratadas) se trata, por exemplo, de fibras à base de poliéster ou aramida, as quais, durante a sua fabricação (fiação), foram tratadas com uma goma. Produtos comercialmente obteníveis são, por exemplo, os da empresa KoSa sob o nome KoSa Type 793 e KoSa Type 748. As gomas contêm, em muitos casos, epóxidos.

No caso das fibras de reforço não pré-tratadas se trata, por exemplo, de fibras à base de poliéster ou aramida. Produtos comercialmente obteníveis são, por exemplo, KoSa Type 792.

Igualmente compreendido pela presente invenção é um método para a melhoria da adesão de fibras de reforço sobre borracha reticulada ou elastômeros, pelo qual fibras de reforço pré-ativadas (pré-tratadas) são inseridas na dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex e depois são secadas.

Sob o termo fibras são compreendidas, no contexto da invenção, além de fibras também linhas, cordas, como também tecidos de reforço, à base de, por exemplo, poliéster ou aramida como, dentre outras, fibras à base de tereftalato de polietileno.

Objetos da presente invenção são, além disso, fibras com adesão melhorada, obteníveis a partir da colocação em contato das fibras pré-tratadas com agente de ativação com pelo menos uma dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex de acordo com a invenção ou a partir da colocação em contato de uma fibra não pré-tratada com pelo menos uma formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção e uma subsequente secagem (fixação) a temperaturas de > 180°C.

Objeto da presente invenção é, além disso, o uso da dispersão de resorcina-formaldeído-látex de acordo com a invenção eventualmente na presença de agentes de ativação para a melhoria da adesão entre fibras de reforço e borracha reticulada ou elastômeros em pneus, correias de tração/transmissão, esteiras de transporte e/ou mangueiras.

Outro objeto da invenção é o uso da formulação de promotores de adesão de acordo com a invenção para a melhoria da adesão entre fibras de reforço e borracha reticulada ou elastômeros em pneus, correias de tração/transmissão, esteiras de transporte e/ou mangueiras.

Os exemplos a seguir servem à explicação da invenção sem, no entanto, ter efeito limitante.

**Exemplos de execução (modalidades):**

**Produtos químicos utilizados:**

Addolink® TT, diisocianato à base de 2,4-tolueno diisocianato (TDI-uretdiona), obtenível da empresa Rhein Chemie Rheinau GmbH,

Gribbond® IL 6, MDI (4,4-difenilmetano diisocianato) bloqueado com caprolactama, dispersão a 50%, obtenível da empresa SEM-Griltech,

MDI-U, MDI dimérico (4,4'-difenilmetano diisocianato e/ou 2,4-difenilmetano diisocianato), fabricado de acordo com EP 219 241 A,

Tamol®NN 9104, agente molhante/dispersante, obtenível da empresa BASF AG,

Borchi Gel® L 75, obtenível da empresa OMG Borchers GmbH,

Jeffamin® T 403, poliéteramina, obtenível da empresa Huntsman International LLC,

Tragacanth espessado (1% em água), obtenível da empresa R.T. Vanderbilt,

éter glicidílico GE 500, obtenível da empresa Raschig GmbH,

Penacolite® 50, um pré-condensado de resorcina-formaldeído, obtenível da empresa

Indspec Chemical Corp.,

Pliocord® VP 106, um látex de copolímero de estireno butadieno vinil piridina com 41% de sólidos, obtenível da empresa Eliokem,

5 fibras de poliéster HMLS são fibras de poliéster de alto módulo e baixo encolhimento da empresa Polyester High Performance GmbH, e

fibras de poliéster LS são fibras de poliéster de baixo encolhimento (LS) da empresa Polyester High Performance GmbH.

A Tabela 1 resume as quantidades utilizadas para fabricação de uma dispersão aquosa:

**Tabela 1:**

Material	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3
Addolink® TT	100		
MDI-U		100	
Grilbond® IL 6			100
Tamol® NN 9104	4,4	4,4	
Água	85,6	85,6	
Borchi Gel® L 75	0,5	0,5	
Jeffamin® T 403	2,0	2,0	

10 As quantidades utilizadas estão indicadas em partes em peso.

As dispersões aquosas foram aqui fabricadas como segue:

15 Água e agente molhante/dispersante (Tamol®NN 9104) foram postos juntos e dissolvidos/misturados. Na seqüência, foram adicionadas, dependendo do exemplo, Addolink® TT ou MDI-U e homogeneizados no dissolvedor. Na seqüência, foi adicionado, para a desativação superficial, Jeffamin® T 403 e misturado mediante evitação de forças de cisalhamento. Depois, Borchi Gel®L 75 foi adicionado em mistura e homogeneizado.

A Tabela 2 reproduz as composições de formulações de promotores de adesão para o tratamento de fibras de poliéster pré-ativadas:

**Tabela 2:**

Material	Ex. 4 (erf)	Ex. 5 (VV)	Ex. 6 (VV)
Dispersão aquosa de Addolink® TT de acordo com o Ex. 1 (desativado superficialmente)	28		
Dispersão aquosa de MDI-U de acordo com o Ex. 2 (desativado superficialmente)		28	
Dispersão aquosa de Grilbond® IL 6 de acordo com o Ex. 3			28
Água	367,3	367,3	367,3
Soda cáustica (a 10%)	6	6	6

Penacolite® 50	42,4	42,4	42,4
Formaldeído (a 37%)	20,5	20,5	20,5
Pliocord VP 106	411	411	411
Amoníaco (a 25%)	24,7	24,7	24,7

VV = exemplo comparativo, erf = de acordo com a invenção;

As quantidades utilizadas estão indicadas em partes em peso.

A pré-secagem das fibras tratadas ocorreu a aproximadamente 135°C por aproximadamente 60 s, a fixação a temperaturas > 180°C por 120 s.

5 Vulcanização e teste de adesão foram executados de acordo com a norma ASTM D4393. Como mistura de elastômeros de teste foi utilizado Dunlop SP 5320.

10 Mostrou-se que as fibras tratadas de acordo com o método de acordo com a invenção, com diisocianatos à base de TDI desativados superficialmente, dispõem de uma adesão muito boa sobre borracha reticulada e elastômeros já a uma temperatura de fixação de > 180°C. Em comparação a isso, as fibras tratadas com o MDI bloqueado com caprolactamas ou MDI uretdiona desativado superficialmente, mostrara, uma adesão pior.

A Tabela 3 mostra os resultados dos testes de adesão no emprego de fibras de poliéster HMLS pré-ativadas:

**Tabela 3:**

Teste*	Unidade	Exemplos		
		Ex. 4 (erf)	Ex. 5	Ex. 6
Teste com fita (grau de cobertura)	%	< 10	< 10	< 10
Teste com fita (adesão)	N/2,5cm	310-320	270-280	260-270

15 \* temperatura de fixação 235°C

A Tabela 4 mostra os resultados dos testes de adesão no emprego de fibras de poliéster LS pré-ativadas:

**Tabela 4:**

Teste*	Unidade	Exemplos		
		Ex. 4 (erf)	Ex. 5	Ex. 6
Teste com fita (grau de cobertura)	%	10 a 20	< 10	< 10
Teste com fita (adesão)	N/2,5cm	330-340	290-300	270-280

\* temperatura de fixação 235°C

20 A Tabela 5 mostra os resultados dos testes de adesão no emprego de fibras de poliéster

HMLS não pré-ativadas mediante o emprego de um método de imersão de duas etapas, ou melhor, do promotor de adesão em pré-imersão:

**Tabela 5:**

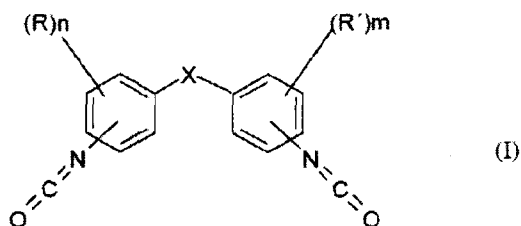
Teste*	Unidade	Exemplos		
		Addolink® TT	MDI-U	Grilbond® IL6
Teste com fita (grau de cobertura)	%	< 10	< 10	< 10
Teste com fita (adesão)	N/2,5cm	290-300	250-260	190-200

\* temperatura de fixação pré-imersão: aprox. 180°C, temperatura de fixação imersão RFL:

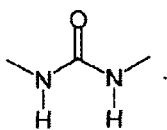
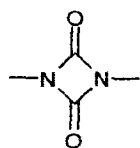
5 235°C

## REIVINDICAÇÕES

1. Dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex, **caracterizada** pelo fato de que contém pelo menos um diisocianato de acordo com a fórmula (I)



5 com X=

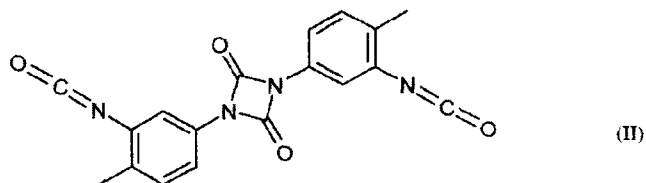


e/ou

em que  $n$ ,  $m$  podem ser iguais ou diferentes e correspondem a 1, 2, 3 ou 4 e que R e R' podem ser iguais ou diferentes e significam alquila C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>,

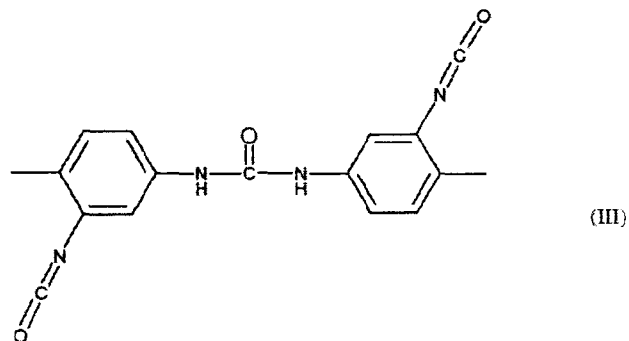
que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

10 2. Dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que, no caso do diisocianato, se trata de um composto da fórmula (II)



que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

15 3. Dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizada** pelo fato de que, no caso do diisocianato, se trata de um composto da fórmula (III)



que foi desativado superficialmente com pelo menos uma amina.

4. Dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex, de acordo com uma ou mais das reivindicações 1 a 3, **caracterizada** pelo fato de que, no caso da dispersão de resorcina-formaldeído-látex, se trata de uma dispersão dos componentes individuais resorcina e formaldeído e/ou formaldeído juntamente com um pré-condensado de resorcina e formaldeído e uma ou mais dispersões de látex, selecionadas do grupo: copolímeros carboxilados de estireno butadieno (látex XSBR), copolímeros de nitrilo butadieno (borracha NBR), policloropreno (látex CR), copolímeros de piridina estireno butadieno (látex PSBR) e/ou copolímeros de acrilato puro e/ou de acrilato de estireno (látex acrílico) e/ou látex de estireno butadieno vinil piridina.

5. Método para fabricação de dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex de acordo com uma ou mais das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** pelo fato de que, para a desativação superficial, é fabricado pelo menos um diisocianato de acordo com as fórmulas (I) a (III) com pelo menos uma amina ou

a. por dispersão de pelo menos um diisocianato pulverulento de acordo com as fórmulas (I) a (III) em uma solução de pelo menos uma amina ou

b. por adição de pelo menos uma amina ou de uma solução de pelo menos uma amina a uma dispersão de pelo menos um dos diisocianatos de acordo com as fórmulas (I) a (III), e que, subsequente,

é adicionado por mistura na dispersão de resorcina-formaldeído-látex ou que a dispersão de resorcina-formaldeído-látex é adicionada por mistura a essas soluções de a) ou b).

6. Formulação de promotores de adesão, **caracterizada** pelo fato de que contém uma dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex de acordo com uma ou mais das reivindicações 1 a 4 e, adicionalmente, pelo menos um agente de ativação.

7. Formulação de promotores de adesão, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizada** pelo fato de que o agente de ativação é pelo menos um epóxido.

8. Método para a melhoria da adesão de fibras de reforço à borracha reticulada e/ou elastômeros, **caracterizado** pelo fato de que

- as fibras são inseridas em uma formulação de promotores de adesão de acordo com a reivindicação 6 ou 7 e depois são secadas ou

- as fibras são tratadas em uma ou mais etapas com um e/ou mais do(s) componente(s) da formulação de promotores de adesão de acordo com a reivindicação 6 ou 7.

9. Método para a melhoria da adesão de fibras de reforço à borracha reticulada e/ou elastômeros, **caracterizado** pelo fato de que as fibras pré-ativadas são inseridas em uma dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex de acordo com as reivindicações 1 a

4 e depois são secadas.

10. Fibras com adesão melhorada, **caracterizadas** pelo fato de que são obteníveis a partir da colocação em contato das fibras pré-tratadas com agente de ativação com pelo menos uma dispersão aquosa de resorcina-formaldeído-látex de acordo com uma ou mais das reivindicações 1 a 4 ou a partir da colocação em contato de uma fibra não pré-tratada com pelo menos uma formulação de promotores de adesão de acordo com a reivindicação 6 ou 7 e uma subsequente secagem (fixação) a temperaturas de  $> 180^{\circ}\text{C}$ .

11. Uso das dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, **caracterizado** pelo fato de ser de dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex de acordo com uma ou mais das reivindicações 1 a 4 para a melhoria da adesão entre fibras de reforço e borracha reticulada ou elastômeros em pneus, correias de tração/transmissão, esteiras de transporte e/ou mangueiras.

12. Uso da formulação de promotores de adesão, **caracterizado** pelo fato de ser de formulação de promotores de adesão de acordo com a reivindicação 6 ou 7 para a melhoria da adesão entre fibras de reforço e borracha reticulada ou elastômeros em pneus, correias de tração/transmissão, esteiras de transporte e/ou mangueiras.

Resumo da Patente de Invenção para: **“DISPERSÃO AQUOSA DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, MÉTODO PARA FABRICAÇÃO DE DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX, FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO, MÉTODO PARA A MELHORIA DA ADESÃO DE FIBRAS DE REFORÇO À**  
5 **BORRACHA RETICULADA E/OU ELASTÔMEROS, FIBRAS COM ADESÃO MELHORADA, USO DAS DISPERSÕES AQUOSAS DE RESORCINA-FORMALDEÍDO-LÁTEX E USO DA FORMULAÇÃO DE PROMOTORES DE ADESÃO”.**

A presente invenção se refere a novas dispersões aquosas de resorcina-formaldeído-látex, contendo pelo menos um diisocianato desativado superficialmente, um  
10 método para sua fabricação e seu uso para a melhoria de adesão no pneu.