



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(21) PI 0816042-2 A2**



**(22) Data do Depósito: 18/09/2008**

**(43) Data da Publicação Nacional: 11/08/2020**

**(54) Título:** DISPERSÃO AQUOSA, MÉTODO PARA FORMAR UMA DISPERSÃO AQUOSA, ESPUMA, MÉTODO PARA FORMAR UMA ESPUMA, ARTIGO BASEADO EM CELULOSE, PROCESSO PARA FORMAR UM ARTIGO, FIBRA REVESTIDA, COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA FORMAR UMA CAMADA SOBRE UM SUBSTRATO E MÉTODO PARA PREPARAR UM CONCENTRADO DE FIBRAS LONGAS

**(51) Int. Cl.:** C08J 3/05; C08L 23/00.

**(30) Prioridade Unionista:** 28/09/2007 US 60/976,255.

**(71) Depositante(es):** DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC..

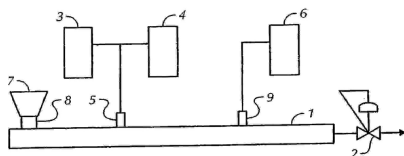
**(72) Inventor(es):** ANTHONY C. NEUBAUER; ALBERT QUARANTA; NEIL W. DUNCHUS; MATTHEW J. KALINOWSKI; GARY M. STRANDBURG; KEVIN D. MAAK.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2008076758 de 18/09/2008

**(87) Publicação PCT:** WO 2009/045731 de 09/04/2009

**(85) Data da Fase Nacional:** 26/03/2010

**(57) Resumo:** DISPERSÃO AQUOSA, MÉTODO PARA FORMAR UMA DISPERSÃO AQUOSA, ESPUMA, MÉTODO PARA FORMAR UMA ESPUMA, ARTIGO BASEADO EM CELULOSE, PROCESSO PARA FORMAR UM ARTIGO, FIBRA REVESTIDA, COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA FORMAR UMA CAMADA SOBRE UM SUBSTRATO E MÉTODO PARA PREPARAR UM CONCENTRADO DE FIBRAS LONGAS. Divulgam-se dispersões e métodos para formar dispersões que incluem uma poliolefina de cristalinidade mais elevada e pelo menos um agente dispersante. Divulgam-se também várias aplicações para uso das dispersões.



"DISPERSÃO AQUOSA, MÉTODO PARA FORMAR UMA DISPERSÃO AQUOSA, ESPUMA, MÉTODO PARA FORMAR UMA ESPUMA, ARTIGO BASEADO EM CELULOSE, PROCESSO PARA FORMAR UM ARTIGO, FIBRA REVESTIDA, COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA FORMAR UMA CAMADA SOBRE UM SUBSTRATO E MÉTODO PARA PREPARAR UM CONCENTRADO DE FIBRAS LONGAS".

Campo da invenção

De modo geral, a invenção refere-se às dispersões de olefinas.

10 Histórico da invenção

São conhecidas na técnica as dispersões de uma resina termoplástica de vários tipos e têm sido usadas numa ampla variedade de campos. Por exemplo, quando uma dispersão aquosa é revestida e secada sobre a superfície de um substrato tal como papel, fibra, madeira, metal, ou artigo moldado de plástico, o revestimento de resina formado proverá o substrato com resistência a água, resistência a óleo, resistência química, resistência à corrosão e vedabilidade térmica. Um meio aquoso é vantajoso comparado a um meio de dispersão orgânico devido a perigos comuns tais como inflamabilidade, ambiente de trabalho, conveniência de manuseio, e similares.

Dispersões aquosas convencionais de uma resina termoplástica têm sido produzidas ou por um processo no qual um monômero polimerizável que é a matéria-prima de resina é polimerizado por polimerização em emulsão num meio aquoso na presença de um agente dispersante, ou por um processo no qual se mistura uma resina termoplástica fundida e um meio aquoso, e opcionalmente um agente dispersante aplicando força de cisalhamento.

Até o advento de dispersões poliolefínicas, as poliolefinas limitavam-se, tipicamente, a processos de extrusão e co-extrusão e conseqüentemente, as poliolefinas não podiam ser usadas em processos de revestimento tais como revestimento de papel, revestimento de pano, e similares, nem em camadas muito

finas, por exemplo, de menos que 15 microns.

Dispersões poliolefínicas mais recentes proveram desempenho melhorado, mas as dispersões poliolefínicas úteis limitavam-se àquelas com cristalinidades menores, tais como elastômeros e plastômeros de etileno e propileno. Divulgam-se dispersões aquosas exemplares deste tipo na publicação de pedido de patente U.S. n° 2005/0100754, que é transferida para o beneficiário da presente invenção. Alternativamente, poliolefinas de cristalinidades mais elevadas foram dispersas em água, mas requeriam a presença de solventes.

Conseqüentemente, há necessidade de dispersões e espumas formadas de polímeros termoplásticos de cristalinidade mais elevada, especialmente polímeros baseados em olefinas, onde preferivelmente as dispersões sejam formadas sem o uso de solventes.

#### Sumário da invenção

Num aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a dispersões aquosas incluindo: pelo menos um termoplástico de cristalinidade mais elevada, pelo menos um agente dispersante, e água.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a um método para formar uma dispersão aquosa, incluindo: amassar sob fusão (A) pelo menos um poliolefina de cristalinidade mais elevada, e (B) pelo menos um agente estabilizador, para produzir um produto amassado sob fusão; diluir o produto amassado fundido com água; e amassar sob fusão a mistura resultante para formar a dispersão.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a um método para formar uma espuma, incluindo: contatar a dispersão conforme definida pela reivindicação 1 com ar ou outro gás inerte para formar uma dispersão batida; depositar a dispersão batida sobre um substrato; e secar pelo menos parcialmente a dispersão batida para formar uma espuma, sendo que a dispersão batida se forma numa temperatura menor que o ponto de fusão do polímero

disperso.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a um artigo baseado em celulose incluindo: uma composição baseada em celulose; e um composto aplicado, sendo que o  
5 composto aplicado, no momento da aplicação, compreende uma dispersão aquosa compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e pelo menos um agente dispersante.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a artigos formados por um processo incluindo: impregnar  
10 uma estrutura fibrosa com um composto, o composto compreendendo uma dispersão aquosa, a dispersão aquosa compreendendo uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e pelo menos um agente dispersante; remover pelo  
15 menos uma porção da água da estrutura fibrosa impregnada.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a fibras revestidas incluindo: um composto em contato com uma porção de uma fibra, sendo que o composto no momento de contato compreende uma dispersão aquosa compreendendo:  
20 (I) uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e (II) pelo menos um agente dispersante, sendo que a fibra tem um diâmetro entre 5 e 35 microns; e sendo que a espessura de uma camada de revestimento do composto sobre a fibra varia de cerca de 0,1 a 10 microns.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a uma composição de toner incluindo: um particulado produzido a partir de uma dispersão aquosa, a dispersão compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e pelo menos um agente dispersante, e pelo menos  
30 um selecionado do grupo consistindo de um corante e um pigmento magnético, sendo que a dispersão tem um tamanho de partícula de diâmetro volumétrico médio de cerca de 0,3 a cerca de 8 microns, sendo que a dispersão foi pelo menos parcialmente seca tal que o nível de líquido seja  
35 de pelo menos 50 por cento daquele nível de líquido da dispersão para formar o particulado.

Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se

a um método para formar uma camada sobre um substrato compreendendo: aplicar uma dispersão aquosa num substrato, a dispersão compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e pelo menos um agente dispersante; remover pelo menos uma porção da água da dispersão para formar uma primeira camada.

5 Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a um método para preparar um concentrado de fibras longas, compreendendo fibras e uma resina termoplástica, compreendendo as etapas de: (I) revestir fibras contínuas com uma dispersão aquosa, sendo que a dispersão aquosa compreende uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, pelo menos um agente dispersante, para formar fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas; 10 (II) aquecer as fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas; (III) cortar as fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas secas formando pelotas de concentrado de fibras longas secas; e (IV) isolar as pelotas de concentrado de fibras longas secas.

15 Noutro aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a um método para preparar um concentrado de fibras longas, compreendendo fibras e uma resina termoplástica, compreendendo as etapas de: (I) revestir fibras longas cortadas com uma dispersão aquosa, sendo que a dispersão aquosa compreende uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, pelo menos um agente dispersante, para formar pelotas de fibras cortadas revestidas termoplásticas; 20 (II) aquecer as pelotas de concentrado de fibras cortadas revestidas; e (III) isolar as pelotas de concentrado de fibras longas secas. 25

30 Outros aspectos e vantagens da invenção tornar-se-ão evidentes a partir da descrição seguinte e das reivindicações anexas.

#### Breve descrição dos desenhos

35 A Figura 1 é uma representação esquemática de um típico aparelho de extrusão de matéria fundida usado para preparar incorporações da invenção;

- A Figura 2 é uma representação esquemática de um típico aparelho de extrusão de matéria fundida usado para preparar incorporações das dispersões aqui divulgadas, de acordo com incorporações da invenção;
- 5 A Figura 3A é um gráfico ilustrando o desempenho de um dispositivo não-modificado de extrusão de matéria fundida, semelhante àquele da Figura 1, mostrando graficamente pressões operacionais de extrusora com o decorrer do tempo;
- 10 A Figura 3B é um gráfico ilustrando o desempenho de um dispositivo modificado de extrusão de matéria fundida de acordo com incorporações aqui divulgadas semelhante àquele da Figura 2, mostrando graficamente pressões operacionais de extrusora com o decorrer do tempo; e
- 15 A Figura 4 é um gráfico comparando taxas de alimentação de agente neutralizador para um aparelho de extrusão não-modificado e para aparelhos de extrusão modificados de acordo com incorporações aqui divulgadas.

Descrição detalhada da invenção

- 20 Quando aqui usado, o termo "termoplástico de cristalinidade mais elevada", preferivelmente uma poliolefina, significa um termoplástico tendo uma cristalinidade de pelo menos 46% e, preferivelmente uma densidade maior ou igual a  $0,915 \text{ g/cm}^3$ . Quando aqui
- 25 usado, o termo o termo "termoplástico de cristalinidade menor", preferivelmente uma poliolefina, significa um termoplástico tendo uma cristalinidade menor que 46% independentemente da densidade. Em várias incorporações, as poliolefinas de cristalinidades mais elevadas podem
- 30 ter uma densidade de pelo menos  $0,920 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,925 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,930 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,940 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,945 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,950 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,955 \text{ g/cm}^3$ , de pelo menos  $0,960 \text{ g/cm}^3$ , ou de pelo menos  $0,965 \text{ g/cm}^3$
- 35 (densidade medida de acordo com ASTM D 792). Em várias outras incorporações, as poliolefinas de cristalinidades mais elevadas podem ter uma cristalinidade de pelo menos

49 por cento, de pelo menos 50 por cento, de pelo menos  
52 por cento, de pelo menos 56 por cento, de pelo menos  
62 por cento, de pelo menos 65 por cento, de pelo menos  
69 por cento, de pelo menos 72 por cento, de pelo menos  
5 75 por cento, ou de pelo menos 78 por cento.  
Preferivelmente, os termoplásticos de cristalinidades  
mais elevadas podem ter pesos moleculares médios  
ponderais,  $M_w$ , variando, por exemplo, de um limite  
inferior de 15.000 g/mol, 30.000 g/mol, preferivelmente  
10 de 50.000 g/mol ate um limite superior de cerca de  
5.000.000 g/mol, preferivelmente de cerca de 2.500.000  
g/mol, e especialmente de cerca de 1.000.000 g/mol em  
algumas incorporações; de 1000 g/mol a 1.000.000 g/mol em  
outras incorporações; de 10.000 g/mol a 500.000 g/mol em  
15 outras incorporações; e de 10.000 g/mol a 300.000 g/mol  
em outras incorporações ainda. Por exemplo, são  
especialmente preferidos polímeros poliolefinicos tendo  
uma cristalinidade maior ou igual a 55% com um  $M_w$  de  
cerca de 15.000 a 1.000.000 g/mol.

20 Outras incorporações aqui divulgadas referem-se a um  
aparelho para formar uma dispersão polimérica. Mais  
especificamente, incorporações aqui divulgadas referem-se  
a uma extrusora ou a um sistema de extrusão útil para  
formar dispersões poliméricas, tais como dispersões  
25 poliolefinicas. Noutro aspecto, incorporações aqui  
divulgadas referem-se a um disco amassador útil num  
sistema de extrusão para formar dispersões poliméricas.  
Aqui, os aparelhos usados para formar dispersões podem  
ser usados para produzir dispersões aquosas (tendo um  
30 meio de dispersão base água) ou dispersões não-aquosas  
(tendo um meio de dispersão base hidrocarboneto ou  
oleaginoso).

"Polímero" significa um composto polimérico preparado  
polimerizando monômeros, quer do mesmo tipo ou de tipos  
35 diferentes. O termo genérico "polímero" abrange os termos  
"homopolímero", "copolímero", "terpolímero", assim como  
"interpolímero".

"Interpolímero" significa um polímero preparado pela polimerização de pelo menos dois tipos diferentes de monômeros. O termo genérico "interpolímero" inclui o termo "copolímero" (que se emprega, usualmente, referindo-se a um polímero preparado a partir de dois monômeros diferentes) bem como o termo "terpolímero" (que se emprega, usualmente, referindo-se a um polímero preparado a partir de três monômeros diferentes). Ele também abrange polímeros produzidos polimerizando quatro ou mais tipos de monômeros.

Os termos "interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina" e "interpolímero de propileno/ $\alpha$ -olefina" referem-se a polímeros com etileno ou propileno, respectivamente, sendo a fração molar majoritária de todo o polímero. Em algumas incorporações, o monômero majoritário pode compreender pelo menos 50 por cento molar de todo o polímero; pelo menos 60 por cento molar em outras incorporações; pelo menos 70 por cento molar em outras incorporações; e pelo menos 80 por cento molar em ainda outras incorporações. O restante de todo o polímero compreende pelo menos um comonômero. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina incluem etileno numa quantidade maior que cerca de 80 por cento molar, e uma quantidade de  $\alpha$ -olefina menor ou igual a 20 por cento molar.

Num aspecto, incorporações aqui divulgadas referem-se a uma composição de dispersão aquosa incluindo pelo menos uma poliolefina com uma densidade maior que 0,915 g/cm<sup>3</sup>, por exemplo, homopolímero de LDPE ou HDPE, copolímeros de etileno/alfa-olefina, LLDPE ou HDPE, homopolímero de PP, copolímeros aleatórios e de impacto de PP, copolímeros de propileno/etileno, e um agente dispersante.

Mais especificamente, incorporações selecionadas aqui divulgadas que envolvem um polietileno componente têm um índice de fusão (I<sub>2</sub> a 190°C) (mede-se o índice de fusão de acordo com ASTM D 1238, condição 190°C/2,16 kg) variando de 0,5 dg/10 min a 30 dg/10 min. Além disso, em

incorporações selecionadas, a composição de dispersão também pode incluir pelo menos um agente tensoativo, tal como PRIMACOR 5980I, em 4% em peso a 50% em peso. Ainda adicionalmente, em incorporações selecionadas, pode-se  
5 usar um agente neutralizador. Especificamente, KOH,  $MH_4OH$  e NaOH podem ser usados como agentes neutralizadores e dosados em 50% a 100% de neutralização. Em incorporações selecionadas, a concentração final de sólidos deve estar entre 30% (peso/peso) a 60% (peso/peso).

10 Incorporações aqui divulgadas podem incluir misturas homogêneas ou heterogêneas de múltiplos polímeros, desde que pelo menos um dos polímeros dispersos seja uma olefina de cristalinidade mais elevada. Por exemplo, está especificamente dentro dos limites de abrangência da  
15 presente divulgação que dispersões de olefinas de cristalinidades mais elevadas podem ser misturadas com dispersões de olefinas de cristalinidades menores. Semelhantemente, múltiplas olefinas de cristalinidades mais elevadas diferentes e/ou múltiplas olefinas de  
20 cristalinidades menores diferentes podem ser usadas juntas.

#### Poliiolefinas

Em incorporações específicas, os polímeros termoplásticos ou poliiolefinas termoplásticas não-polares podem incluir  
25 poliiolefinas tais como polipropileno, polietileno, copolímeros dos mesmos, e misturas dos mesmos, assim como terpolímeros de etileno/propileno/dieno. Em algumas incorporações, polímeros olefínicos preferidos incluem polímeros homogêneos descritos na patente U.S. n°  
30 3.645.992; polietileno de alta densidade (HDPE) tal como descrito na patente U.S. n° 4.076.698; copolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina lineares ramificados homogeneamente; polímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina substancialmente lineares ramificados homogeneamente, que podem ser preparados, por  
35 exemplo, por um processo divulgado nas patentes U.S. n°s 5.272.236 e 5.278.272, as divulgações das quais aqui se incorporam por referência; e polímeros e copolímeros de

etileno polimerizados via radicais livres em alta pressão tal como polietileno de baixa densidade (LDPE).

Em algumas incorporações, também são apropriadas as composições poliméricas descritas nas patentes U.S. n°s 5 6.566.446, 6.538.070, 6.448.341, 6.316.549, 6.111.023, 5.869.575, ou 5.677.383, cada uma das quais aqui inteiramente incorporada por referência. Obviamente, também podem ser usadas misturas de polímeros. Em algumas incorporações, as misturas incluem diferentes polímeros 10 Ziegler-Natta. Em outras incorporações, as misturas podem incluir polímeros Ziegler-Natta e metalocênicos. Em outras incorporações ainda, o polímero usado pode ser uma mistura de dois ou mais polímeros metalocênicos. Em outras incorporações, podem ser usados polímeros 15 produzidos com catalisadores de sítio único. Já noutra incorporação, podem ser usados copolímeros em blocos ou multiblocos em incorporações da invenção. Tais polímeros incluem aqueles descritos e reivindicados em WO 2005/090427 (tendo prioridade para U.S. n° serial 20 60/553.906, depositado em 7 de março de 2004).

Assim, em incorporações selecionadas, polímeros exemplares incluem polipropileno (tanto polipropileno modificado para impacto, polipropileno isotático, polipropileno atático como copolímeros de 25 etileno/propileno); vários tipos de polietileno, incluindo LDPE via radicais livres em alta pressão, LLDPE Ziegler-Natta, PE metalocênico, incluindo PE de reatores múltiplos (misturas "no reator" de PE Ziegler-Natta e PE metalocênico, tais como produtos divulgados nas patentes 30 U.S. n°s 6.545.088, 6.538.070, 6.566.446, 5.844.045, 5.869.575, e 6.448.341), copolímeros de etileno/acetato de vinila (EVA), de etileno/álcool vinílico, poliestireno, poliestireno modificado para impacto, ABS, copolímeros em blocos de estireno/butadieno e derivados 35 hidrogenados dos mesmos (SBS e SEBS).

Em algumas incorporações particulares, o polímero é um copolímero ou interpolímero baseado em propileno. Em

algumas incorporações, o copolímero ou interpolímero baseado em propileno caracteriza-se pelo fato de ter seqüências de propileno substancialmente isotáticas. O termo "seqüências de propileno substancialmente isotáticas" e termos semelhantes significam que as seqüências têm uma triade isotática (mm) medida por NMR de  $^{13}\text{C}$  maior que cerca de 0,85, preferivelmente maior que cerca de 0,90, mais preferivelmente maior que cerca de 0,92 e muito preferivelmente maior que cerca de 0,93. As triades isotáticas são bem conhecidas na técnica e estão descritas, por exemplo, na patente U.S. n° 5.504.172 e em WO 00/01745, que se referem à seqüência isotática em termos de uma triade unitária na cadeia molecular de copolímero determinada por espectros de NMR de  $^{13}\text{C}$ .

Em outras incorporações particulares, o polímero termoplástico pode ser polímeros baseados em etileno/acetato de vinila (EVA). Em outras incorporações particulares, o polímero termoplástico pode ser polímeros baseados em etileno/acrilato de metila (EMA). Em outras incorporações, o copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina pode ser copolímeros ou interpolímeros de etileno/buteno, de etileno/hexeno, ou de etileno/octeno. Em outras incorporações particulares, o copolímero de propileno/ $\alpha$ -olefina pode ser um copolímero ou interpolímero de propileno/etileno ou de propileno/etileno/buteno.

As dispersões formadas de acordo com outras incorporações podem também incluir cargas e aditivos. Além disso, incorporações da presente invenção podem também usar interpolímeros olefínicos em multiblocos tendo densidades e/ou cristalinidades apropriadas, tais como aqueles descritos abaixo.

#### Interpolímero olefínico em multiblocos

Como descrito acima, incorporações das dispersões aqui divulgadas podem incluir um componente polimérico que pode incluir pelo menos um interpolímero olefínico em multiblocos. Provêm-se as definições seguintes para distinguir um interpolímero olefínico em multiblocos de

outros polímeros olefinicos.

O termo "copolímero em multiblocos" ou "copolímero segmentado" refere-se a um polímero compreendendo dois ou mais segmentos ou regiões quimicamente distintas (referidos como "blocos") preferivelmente unidos de maneira linear, isto é, um polímero compreendendo unidades quimicamente diferentes que se unem extremo-a-extremo com respeito à funcionalidade etilênica polimerizada, em vez de em modo pendente ou enxertado. Em determinadas incorporações, os blocos diferem quanto à quantidade ou tipo de comonômero incorporado nos mesmos, densidade, quantidade de cristalinidade, tamanho de cristalito atribuível a um polímero de tal composição, tipo e grau de taticidade (isotático ou sindiotático), regio-regularidade ou regio-irregularidade, quantidade de ramificação, incluindo ramificação de cadeia longa ou hiper-ramificação, homogeneidade, ou quanto a qualquer outra propriedade química ou física.

Os copolímeros em multiblocos se caracterizam por distribuições únicas de índice de polidispersão (PDI ou  $M_w/M_n$ ), distribuição de comprimento de bloco, e/ou distribuição de números de blocos devido ao processo de produção único dos copolímeros. Mais especificamente, quando produzidas num processo contínuo, incorporações dos polímeros podem possuir um PDI variando de cerca de 1,7 a cerca de 8; de cerca de 1,7 a cerca de 3,5 em outras incorporações; e de cerca de 1,8 a cerca de 2,5 ou de cerca de 1,8 a cerca de 2,1 em ainda outras incorporações. Quando produzidas num processo por batelada ou semibatelada, incorporações dos polímeros podem possuir um PDI variando de cerca de 1 a cerca de 2,9; de cerca de 1,3 a cerca de 2,5 em outras incorporações; de cerca de 1,4 à cerca de 2 em outras incorporações; e de cerca de 1,4 a cerca de 1,8 em ainda outras incorporações.

Um exemplo do interpolímero olefinico em multiblocos é um interpolímero em blocos de etileno/ $\alpha$ -olefina. Outro

exemplo do interpolímero olefinico em multiblocos é um interpolímero em blocos de propileno/ $\alpha$ -olefina. A descrição seguinte concentra-se no interpolímero quando ele tiver etileno como o monômero majoritário, mas se aplica de modo semelhante aos interpolímeros em multiblocos baseados em propileno com respeito às características poliméricas gerais.

O interpolímero em multiblocos de etileno/ $\alpha$ -olefina (doravante "interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina") compreende etileno e um ou mais comonômeros de  $\alpha$ -olefinas copolimerizáveis em forma polimerizada, caracterizado por múltiplos blocos ou segmentos (isto é, dois ou mais) de duas ou mais unidades monoméricas polimerizadas diferindo em propriedades químicas ou físicas (interpolímero em blocos), preferivelmente um interpolímero em multiblocos. Em algumas incorporações, o interpolímero em multiblocos pode ser representado pela seguinte fórmula:



onde n é pelo menos 1, preferivelmente um número inteiro maior que 1, tal como 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, ou maior; "A" um bloco ou segmento duro; e "B" representa um bloco ou segmento mole. Preferivelmente os A e os B se ligam de maneira linear, não de maneira ramificada ou em estrela. Segmentos "duros" referem-se a blocos de unidades polimerizadas nos quais o etileno está presente numa quantidade maior que 95 por cento em peso em algumas incorporações, e em outras incorporações maior que 98 por cento em peso. Em outras palavras, o conteúdo de comonômero nos segmentos duros é menor que 5 por cento em peso em algumas incorporações, e em outras incorporações menor que 2 por cento em peso do peso total dos segmentos duros. Em algumas incorporações, os segmentos duros compreendem todo ou substancialmente todo etileno. Por outro lado, segmentos "moles" referem-se a blocos de unidades polimerizadas nos quais o conteúdo de comonômero é maior que 5 por cento em peso do peso total dos segmentos moles

em algumas incorporações, maior que 8 por cento em peso, maior que 10 por cento em peso, ou maior que 15 por cento em peso em várias outras incorporações. Em algumas incorporações, o conteúdo de comonômero nos segmentos moles pode ser maior que 20 por cento em peso, maior que 25 por cento em peso, maior que 30 por cento em peso, maior que 35 por cento em peso, maior que 40 por cento em peso, maior que 45 por cento em peso, maior que 50 por cento em peso, ou maior que 60 por cento em peso em várias outras incorporações.

Em algumas incorporações, os blocos A e os blocos B se distribuem aleatoriamente ao longo da cadeia polimérica. Em outras palavras, os copolímeros em blocos não têm uma estrutura como:

AAA-AA-BBB-BB

Em outras incorporações, os copolímeros em blocos não têm um terceiro bloco. Já em outras incorporações, nem o bloco A nem o bloco B compreende dois ou mais segmentos (ou sub-blocos), tal como um segmento terminal.

Os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina se caracterizam por um índice médio de blocos, ABI, variando de maior que zero a 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 ponderal do índice de blocos ("BI") de cada uma das frações poliméricas obtida em TREF preparativo de 20°C e 110°C, com um incremento de 5°C:

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

onde  $BI_i$  é o índice de blocos da  $i$ -ésima fração do interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina obtida em TREF preparativo, e  $w_i$  é a porcentagem em peso da  $i$ -ésima fração.

Semelhantemente, a raiz quadrada do segundo momento em volta da média, doravante referido como índice de blocos médio ponderal de segundo momento, pode ser definido como se segue:

BI médio ponderal de 2º momento = 
$$\sqrt{\frac{\sum (w_i (BI_i - ABI)^2)}{(N-1) \sum w_i / N}}$$

Para cada fração polimérica, define-se BI através de uma das duas equações seguintes (ambas dando o mesmo valor de BI):

10 
$$BI = \frac{1/T_X - 1/T_{X0}}{1/T_A - 1/T_{AB}} \quad \text{ou} \quad BI = \frac{\ln P_X - \ln P_{X0}}{\ln P_A - \ln P_{XAB}}$$

onde  $T_X$  é a temperatura de eluição de fracionamento analítico por eluição com elevação de temperatura (ATREF) da  $i$ -ésima fração (expressa, preferivelmente, em Kelvin),  $P_X$  é a fração molar de etileno da  $i$ -ésima fração, que pode ser medida por NMR ou IR tal como descrito abaixo.  $P_{AB}$  é a fração molar de etileno do interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina inteiro (antes do fracionamento), que também se mede por NMR ou IR. Os valores  $T_A$  e  $P_A$  são, respectivamente, a temperatura de eluição ATREF e a fração molar de etileno para "segmentos duros" puros (que se referem aos segmentos cristalinos do interpolímero). Como uma aproximação ou para polímeros onde se desconhece a composição de "segmento duro", os valores  $T_A$  e  $P_A$  são ajustados para aqueles de homopolímero de polietileno de alta densidade.

$T_{AB}$  é a temperatura de eluição ATREF para um copolímero aleatório da mesma composição (tendo uma fração molar de etileno de  $P_{AB}$ ) e peso molecular tal como o do interpolímero em multiblocos.  $T_{AB}$  pode ser calculada a partir da fração molar de etileno (medida por NMR) usando a seguinte equação:

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

onde  $\alpha$  e  $\beta$  são duas constantes que podem ser determinadas por uma calibração usando um número de frações bem caracterizadas de ATREF preparativo de um copolímero aleatório de composição ampla e/ou de copolímeros aleatórios de etileno bem caracterizados com composição

estreita. Deve-se notar que  $\alpha$  e  $\beta$  podem variar de instrumento para instrumento. Além disso, seria necessário criar uma curva de calibração apropriada com a composição polimérica de interesse, usando faixas  
 5 apropriadas de pesos moleculares e tipo de comonômero para as frações de ATREF preparativo e/ou copolímeros aleatórios usados para criar a calibração. Há um ligeiro efeito de peso molecular. Se a curva de calibração for obtida a partir de faixas de pesos moleculares  
 10 semelhantes, tal efeito seria essencialmente desprezível. Em algumas incorporações, copolímeros aleatórios de etileno e/ou frações de ATREF preparativo de copolímeros aleatórios satisfazem a seguinte relação:

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

15 A equação de calibração acima se refere à fração molar de etileno,  $P$ , à temperatura de eluição analítica de TREF,  $T_{ATREF}$ , para copolímeros aleatórios de composição estreita e/ou às frações preparativas de TREF de copolímeros aleatórios de composição ampla.  $T_{X0}$  é a temperatura de  
 20 ATREF para um copolímero aleatório da mesma composição e tendo uma fração molar de etileno de  $P_X$ .  $T_{X0}$  pode ser calculada de  $\ln P_X = \alpha/T_{X0} + \beta$ . Por outro lado,  $P_{X0}$  é a fração molar de etileno para um copolímero aleatório da mesma composição e tendo uma temperatura de ATREF de  $T_X$ ,  
 25 que pode ser calculada de  $\ln P_{X0} = \alpha/T_X + \beta$ .

Uma vez obtido o índice de blocos (BI) para cada fração de TREF preparativo, pode-se calcular o índice de blocos médio ponderal, ABI para o polímero inteiro. Em algumas  
 30 incorporações, ABI é maior que zero mas menor que cerca de 0,4 ou de cerca de 0,1 a cerca de 0,3. Em outras incorporações, ABI é maior que cerca de 0,4 e até cerca de 1,0. Preferivelmente, ABI deve estar na faixa de cerca de 0,4 a cerca de 0,7, de cerca de 0,5 a cerca de 0,7, ou de cerca de 0,6 a cerca de 0,9. Em algumas incorporações,  
 35 ABI está na faixa de cerca de 0,3 a cerca de 0,9, de cerca de 0,3 a cerca de 0,8, ou de cerca de 0,3 a cerca de 0,7, de cerca de 0,3 a cerca de 0,6, de cerca de 0,3 a

cerca de 0,5, ou de cerca de 0,3 a cerca de 0,4. Em outras incorporações, ABI está na faixa de cerca de 0,4 a cerca de 1,0, de cerca de 0,5 a cerca de 1,0, ou de cerca de 0,6 a cerca de 1,0, de cerca de 0,7 a cerca de 1,0, de  
5 cerca de 0,8 a cerca de 1,0, ou de cerca de 0,9 a cerca de 1,0.

Outra característica do interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina é que ele compreende pelo menos uma fração polimérica que pode ser obtida por TREF preparativo,  
10 sendo que a fração tem um índice de blocos maior que cerca de 0,1 e até cerca de 1,0 e o polímero tem uma distribuição de peso molecular,  $M_w/M_n$ , maior que cerca de 1,3. Em algumas incorporações, a fração polimérica tem um índice de blocos maior que cerca de 0,6 e até cerca de  
15 1,0, maior que cerca de 0,7 e até cerca de 1,0, maior que cerca de 0,8 e até cerca de 1,0, ou maior que cerca de 0,9 e até cerca de 1,0. Em outras incorporações, a fração polimérica tem um índice de blocos maior que cerca de 0,1 e até cerca de 1,0, maior que cerca de 0,2 e até cerca de  
20 1,0, maior que cerca de 0,3 e até cerca de 1,0, maior que cerca de 0,4 e até cerca de 1,0, ou maior que cerca de 0,5 e até cerca de 1,0. Em outras incorporações ainda, a fração polimérica tem um índice de blocos maior que cerca de 0,1 e até cerca de 0,5, maior que cerca de 0,2 e até  
25 cerca de 0,5, maior que cerca de 0,3 e até cerca de 0,5, ou maior que cerca de 0,4 e até cerca de 0,5. Já em outras incorporações, a fração polimérica tem um índice de blocos maior que cerca de 0,2 e até cerca de 0,9, maior que cerca de 0,3 e até cerca de 0,8, maior que  
30 cerca de 0,4 e até cerca de 0,7, ou maior que cerca de 0,5 e até cerca de 0,6.

Além de um índice médio de blocos e índices de blocos de frações individuais, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ser caracterizados por uma ou mais das  
35 propriedades descritas a seguir.

Num aspecto, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina usados em incorporações da invenção têm uma  $M_w/M_n$  de

cerca de 1,7 a cerca de 3,5 e pelo menos um ponto de fusão,  $T_m$ , em grau Celsius ( $^{\circ}\text{C}$ ) e densidade,  $d$ , em grama/centímetro cúbico ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ), sendo que os valores numéricos das variáveis correspondem à relação:  $T_m > -2002,9 + 4538,5(d) - 2422,2(d)^2$  em algumas incorporações;  $T_m \geq -6288,1 + 1314,1(d) - 6720,3(d)^2$  em outras incorporações; e  $T_m \geq 858,91 - 1825,3(d) + 112,8(d)^2$  em ainda outras incorporações.

Diferentemente dos copolímeros aleatórios tradicionais de etileno/ $\alpha$ -olefina cujos pontos de fusão diminuem com a diminuição das densidades, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina exibem pontos de fusão substancialmente independentes da densidade, particularmente quando a densidade está entre cerca de  $0,87 \text{ g}/\text{cm}^3$  e cerca de  $0,95 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Por exemplo, o ponto de fusão de tais polímeros pode estar na faixa de cerca de  $110^{\circ}\text{C}$  a cerca de  $130^{\circ}\text{C}$  quando a densidade varia de  $0,875 \text{ g}/\text{cm}^3$  a cerca de  $0,945 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Em algumas incorporações, o ponto de fusão de tais polímeros pode estar na faixa de cerca de  $115^{\circ}\text{C}$  a cerca de  $125^{\circ}\text{C}$  quando a densidade varia de  $0,875 \text{ g}/\text{cm}^3$  a cerca de  $0,945 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

Noutro aspecto, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina compreendem, em forma polimerizada, etileno e uma ou mais  $\alpha$ -olefinas e se caracterizam por um  $\Delta T$ , em grau Celsius, definida como a temperatura para o pico mais alto de calorimetria diferencial de varredura ("DSC") menos a temperatura do pico mais alto de fracionamento por análise de cristalização ("CRYSTAF") e um calor de fusão em  $\text{J}/\text{g}$ ,  $\Delta H$ , e  $\Delta T$  e  $\Delta H$  satisfazem as seguintes relações:  $\Delta T > -0,1299(\Delta H) + 62,81$  em algumas incorporações;  $\Delta T \geq -0,1299(\Delta H) + 64,38$  em outras incorporações; e  $\Delta T \geq -0,1299(\Delta H) + 64,38$  em ainda outras incorporações, para  $\Delta H$  de até  $130 \text{ J}/\text{g}$ . Além disso,  $\Delta T$  é maior ou igual a  $48^{\circ}\text{C}$  para  $\Delta H$  maior que  $130 \text{ J}/\text{g}$ . Determina-se o pico de CRYSTAF usando pelo menos 5 por cento do polímero cumulativo (isto é, o pico deve representar pelo menos 5 por cento do polímero cumulativo), e se menor que 5 por cento do

polímero tiver um pico de CRYSTAF identificável, então a temperatura de CRYSTAF será de 30°C, e  $\Delta H$  é o valor numérico do calor de fusão em J/g. Mais preferivelmente, o pico mais elevado de CRYSTAF contém pelo menos 10 por cento do polímero cumulativo.

Já noutro aspecto, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma fração molecular que elui entre 40°C e 130°C quando fracionados usando fracionamento por eluição com elevação de temperatura "TREF", caracterizados pelo fato de a fração ter um conteúdo molar de comonômero maior, pelo menos 5 por cento maior em algumas incorporações, pelo menos 10 por cento maior em outras incorporações, que aquele de um interpolímero aleatório de etileno comparável eluindo entre as mesmas temperaturas, sendo que o interpolímero aleatório de etileno comparável contém os mesmos comonômeros, e tem um índice de fusão, densidade, e conteúdo molar de comonômero (baseados no polímero inteiro) dentro dos limites de 10 por cento daqueles do interpolímero em blocos. Em algumas incorporações, a  $M_w/M_n$  do interpolímero comparável também está dentro dos limites de 10 por cento daquela do interpolímero em blocos e/ou o interpolímero comparável tem um conteúdo total de comonômero dentro dos limites de 10 por cento daquele do interpolímero em blocos.

Noutro aspecto ainda, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina se caracterizam por uma recuperação elástica,  $R_e$ , em porcentagem em 300% de deformação e 1 ciclo medida numa película moldada por compressão de um interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina, e tem uma densidade,  $d$ , em g/cm<sup>3</sup>, sendo que os valores numéricos de  $R_e$  e  $d$  satisfazem a relação seguinte quando o interpolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina está substancialmente livre de uma fase reticulada:  $R_e > 1481 - 1629(d)$  em algumas incorporações;  $R_e \geq 1491 - 1629(d)$  em outras incorporações;  $R_e \geq 1501 - 1629(d)$  em outras incorporações; e  $R_e \geq 1511 - 1629(d)$  já em outras incorporações.

Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter um limite de resistência à tração acima de 10 MPa; um limite de resistência à tração  $\geq$  11 MPa em outras incorporações; e um limite de resistência à tração  $\geq$  13 MPa já em outras incorporações. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma elongação na ruptura de pelo menos 600 por cento numa taxa de separação de êmbolo de 11 cm/minuto; de pelo menos 700 por cento em outras incorporações; de pelo menos 800 por cento em outras incorporações; e de pelo menos 900 por cento ainda em outras incorporações. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma razão de módulo de armazenamento,  $G'(25^\circ\text{C})/G'(100^\circ\text{C})$ , de 1 a 50; de 1 a 20 em outras incorporações; e de 1 a 10 ainda em outras incorporações. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma deformação por compressão a  $70^\circ\text{C}$  de menos que 80 por cento; de menos que 70 por cento em outras incorporações; de menos que 60 por cento em outras incorporações; e, de menos que 50 por cento, menos que 40 por cento, até uma deformação por compressão de 0 por cento, ainda em outras incorporações. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma deformação por compressão a  $85^\circ\text{C}$  de menos que 80 por cento; de menos que 70 por cento em outras incorporações; de menos que 60 por cento em outras incorporações; e, de menos que 50 por cento, menos que 40 por cento, até uma deformação por compressão de 0 por cento, ainda em outras incorporações. Em algumas incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter um calor de fusão menor que 85 J/g. Em outras incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem ter uma resistência à formação de blocos de pelotas menor ou igual a 4800 Pa (100 libra/pé<sup>2</sup>); menor ou igual a 2400 Pa (50 libra/pé<sup>2</sup>) em outras incorporações; menor ou igual a 240 Pa (5 libra/pé<sup>2</sup>), e tão baixa quanto menor ou igual a 0 Pa (0 libra/pé<sup>2</sup>)

ainda em outras incorporações.

Em outras incorporações, os interpolímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina podem compreender, em forma polimerizada, pelo menos 50 por cento molar de etileno e terem uma  
5 deformação por compressão a 70°C menor que 80 por cento; menor que 70 por cento em outras incorporações; menor que 60 por cento em outras incorporações; e, menor que 50 por cento, menor que 40 por cento, e até uma deformação por compressão de 0 por cento ainda em outras incorporações.

10 Em algumas incorporações, os copolímeros em multiblocos possuem um ajustamento de PDI, uma distribuição de Schultz-Flory em vez de uma distribuição de Poisson. Os copolímeros caracterizam-se ainda por ter tanto uma distribuição de blocos polidispersa como uma distribuição  
15 polidispersa de tamanhos de blocos e possuir uma distribuição muitíssimo provável de comprimentos de blocos. Os copolímeros em multiblocos preferidos são aqueles contendo 4 ou mais blocos ou segmentos incluindo blocos terminais. Mais preferivelmente, os copolímeros  
20 incluem pelo menos 5, 10 ou 20 blocos ou segmentos incluindo blocos terminais.

Além disso, os interpolímeros em blocos podem ter características ou propriedades adicionais. Num aspecto, os interpolímeros, compreendendo preferivelmente etileno  
25 e um ou mais comonômeros copolimerizáveis em forma polimerizada, caracterizam-se por múltiplos blocos ou segmentos de duas ou mais unidades monoméricas polimerizadas diferindo em propriedades químicas ou físicas (interpolímero em blocos), muitíssimo  
30 preferivelmente um copolímero em multiblocos, o interpolímero em blocos tendo uma fração molecular que elui entre 40°C e 130°C quando fracionada usando TREF, caracterizado pelo fato de a fração ter um conteúdo molar de comonômero maior, pelo menos 5 por cento maior em  
35 algumas incorporações, pelo menos 10 por cento maior em outras incorporações, que aquele de uma fração de interpolímero de etileno aleatório comparável eluindo

entre as mesmas temperaturas, sendo que o interpolímero de etileno aleatório comparável compreende os mesmos comonômeros, e tem um índice de fusão, densidade, e conteúdo molar de comonômero (baseado no polímero inteiro) dentro dos limites de 10 por cento daqueles do interpolímero em blocos. A  $M_w/M_n$  do interpolímero comparável também pode estar dentro dos limites de 10 por cento daquela do interpolímero em blocos e/ou o interpolímero comparável pode ter um conteúdo total de comonômero dentro dos limites de 10 por cento daquele do interpolímero em blocos.

O conteúdo de comonômero pode ser medido usando qualquer técnica apropriada, sendo preferidas técnicas baseadas em espectroscopia de ressonância magnética nuclear ("NMR"). Além disso, para polímeros ou misturas de polímeros tendo curvas de TREF relativamente amplas, primeiro fraciona-se, usando TREF, em frações cada uma delas tendo uma faixa de temperatura de eluição de 10°C ou menos. Isto é, cada fração eluída tem uma janela de temperatura de coleta de 10°C ou menos. Usando esta técnica, os interpolímeros em blocos têm pelo uma tal fração tendo um conteúdo molar de comonômero maior que o de uma fração correspondente do interpolímero comparável.

Em algumas incorporações, para interpolímeros de etileno e 1-octeno, o interpolímero em blocos pode ter um conteúdo de comonômero da fração de TREF eluindo entre 40 e 130°C maior ou igual à quantidade  $[(-0,2013)*T + 20,07]$ , onde T é o valor numérico da temperatura de eluição máxima da fração de TREF que estiver sendo comparada, medida em °C. O conteúdo de comonômero da fração de TREF eluindo entre 40 e 130°C pode ser maior ou igual à quantidade  $[(-0,2013)*T + 21,07]$  em outras incorporações.

Os interpolímeros tendo as cristalinidades mais elevadas podem ter especialmente pesos moleculares médios ponderais maiores,  $M_w$ , variando, por exemplo, de um limite inferior de 15.000 g/mol, 30.000 g/mol,

preferivelmente de 50.000 g/mol até um limite superior de cerca de 5.000.000 g/mol, preferivelmente de cerca de 2.500.000 g/mol, e especialmente de cerca de 1.000.000 g/mol em algumas incorporações; de 1000 g/mol a 1.000.000 g/mol em outras incorporações; de 10.000 g/mol a 500.000 g/mol em outras incorporações; e de 10.000 g/mol a 300.000 g/mol em ainda outras incorporações. São especialmente preferidos, por exemplo, polímeros poliolefínicos tendo uma cristalinidade maior ou igual à cerca de 55% com um  $M_w$  de cerca de 15.000 a cerca de 1.000.000 g/mol. Em determinadas incorporações, quando se usam poliolefinas de cristalinidade mais elevada, a densidade dos polímeros de etileno/ $\alpha$ -olefina pode variar de 0,915 g/cm<sup>3</sup> a 0,99 g/cm<sup>3</sup> ou de 0,925 g/cm<sup>3</sup> a 0,97 g/cm<sup>3</sup>.

O processo de fabricação dos polímeros foi divulgado nos seguintes pedidos de patentes: pedido provisório U.S. n° 60/553.906, depositado em 17 de março de 2004; pedido provisório U.S. n° 60/662.937, depositado em 17 de março de 2005; pedido provisório U.S. n° 60/662.939, depositado em 17 de março de 2005; pedido provisório U.S. n° 60/566.938, depositado em 17 de março de 2005; pedido PCT n° PCT/US2005/008916, depositado em 17 de março de 2005; pedido PCT n° PCT/US2005/008915, depositado em 17 de março de 2005; e pedido PCT n° PCT/US2005/008917, depositado em 17 de março de 2005, todos os quais aqui se incorporam inteiramente por referência.

#### Agente dispersante

Incorporações da presente invenção usam um agente dispersante (ou agente estabilizador) para promover a formação de uma dispersão ou emulsão estável. Em incorporações selecionadas, o agente estabilizador pode ser um tensoativo, um polímero (diferente do polímero-base detalhado acima), ou misturas dos mesmos. Em determinadas incorporações, o polímero pode ser um polímero polar, tendo um grupo polar ou como um comonômero ou como um monômero enxertado. Em

incorporações preferidas, o agente estabilizador compreende uma ou mais poliolefinas polares tendo um grupo polar ou como um comonômero ou como um monômero enxertado. Por exemplo, o agente dispersante pode incluir o copolímero de etileno/ácido carboxílico alfa/beta insaturado, tal como um copolímero de etileno/ácido acrílico ou um copolímero de etileno/ácido metacrílico. Polímeros típicos incluem copolímeros de etileno/ácido acrílico (EAA) ou de etileno/ácido metacrílico, tais como aqueles obteníveis com as denominações comerciais PRIMACOR™ (denominação comercial de The Dow Chemical Company), NUCREL™ (denominação comercial de E.I. DuPont de Nemours), e ESCOR™ (denominação comercial de ExxonMobil) e descritos nas patentes U.S. n°s 4.599.392, 4.988.781 e 5.938.438, cada uma das quais aqui inteiramente incorporada por referência. Outros polímeros incluem copolímeros de etileno/acrilato de etila (EEA), de etileno/metacrilato de metila (EMMA), e de etileno/acrilato de butila (EBA). Também podem ser usados outros copolímeros de etileno/ácido carboxílico. Aquelos com especialização usual na técnica compreenderão que podem ser usados vários outros polímeros úteis.

Outros tensoativos que podem ser usados incluem ácidos graxos de cadeia longa ou sais de ácidos graxos tendo de 12 a 60 átomos de carbono. Em outras incorporações, o ácido graxo de cadeia longa ou o sal de ácido graxo pode ter de 12 a 40 átomos de carbono.

Se o grupo polar do polímero for de natureza ácida ou básica, o polímero estabilizador poderá ser parcial ou totalmente neutralizado com um agente neutralizador para formar o sal correspondente. Em determinadas incorporações, a neutralização do agente estabilizador, tal como um ácido graxo de cadeia longa ou EAA, pode ser de 25% a 200% numa base molar; em outras incorporações, de 50% a 110% numa base molar. Por exemplo, para EAA, o agente neutralizador é uma base, tal como hidróxido de amônio ou hidróxido de potássio, por exemplo. Outros

agentes neutralizadores podem incluir, por exemplo, hidróxido de lítio ou hidróxido de sódio. Aqueles com especialização usual na técnica entenderão que a seleção de um agente neutralizador apropriado depende da  
5 composição específica formulada, e que tal escolha está dentro dos limites do conhecimento daqueles habitualmente especializados na técnica.

Tensoativos adicionais que podem ser úteis na prática da presente invenção incluem tensoativos catiônicos,  
10 tensoativos aniônicos, tensoativos zwitteriônicos, 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  
15 copolímeros em blocos contendo óxido de etileno e tensoativos de silicone. Tensoativos úteis na prática da presente invenção podem ser tensoativos externos ou tensoativos internos. Tensoativos externos são tensoativos que não se tornam reativos quimicamente no  
20 polímero durante a preparação da dispersão. Exemplos de tensoativos externos úteis aqui incluem sais de ácido dodecil benzenossulfônico e de ácido lauril sulfônico. Tensoativos internos são os que se tornam reativos quimicamente no polímero durante a preparação da  
25 dispersão. Um exemplo de um tensoativo interno útil aqui inclui o ácido 2,2-dimetilol propiônico e seus sais.

Em incorporações particulares, o agente dispersante ou agente estabilizador pode ser usado numa quantidade variando de mais que zero a cerca de 60% em peso baseado  
30 na quantidade de polímero-base (ou mistura de polímero-base) usada. Por exemplo, ácidos graxos de cadeia longa ou sais dos mesmos podem ser usados numa quantidade variando de 0,5% a 10% em peso baseado na quantidade de polímero-base. Em outras incorporações, os copolímeros de  
35 etileno/ácido acrílico ou de etileno/ácido metacrílico podem ser usados numa quantidade de 0,5% a 60% em peso baseado no polímero. Já em outras incorporações, sais de

ácidos sulfônicos podem ser usados numa quantidade de 0,5% a 10% em peso baseado na quantidade de polímero-base.

O tipo e quantidade de agente estabilizante usados podem também afetar propriedades finais do artigo baseado em celulose formado incorporando a dispersão. Por exemplo, artigos tendo resistências a óleo e graxa melhorada pode incorporar um pacote tensoativo tendo copolímeros de etileno/ácido acrílico ou copolímeros de etileno/ácido metacrílico numa quantidade de cerca de 10% a cerca de 50% em peso baseado na quantidade total de polímero-base. Um pacote tensoativo semelhante pode ser usado quando a propriedade final desejada é maciez ou resistência melhorada. Outro exemplo, artigos tendo resistência à água ou à umidade melhorada podem incorporar um pacote tensoativo utilizando ácidos graxos de cadeias longas numa quantidade de 0,5% a 5%, ou copolímeros de etileno/ácido acrílico numa quantidade de 10% a 50%, ambas em peso baseadas na quantidade total de polímero-base. Em outras incorporações, a quantidade mínima de tensoativo ou agente estabilizador deve ser de pelo menos 1% em peso baseada na quantidade total de polímero-base.

#### Aditivos

Podem ser usados aditivos com o polímero-base, agente dispersante, ou carga usada na dispersão sem se afastar da abrangência da presente invenção. Por exemplo, os aditivos podem incluir um agente umectante, tensoativos, agentes antiestáticos, antiaderentes, pigmentos de dispersão de cera, agente neutralizador, espessante, compatibilizador, abrilhantador, modificador de reologia, biocida, fungicida, estabilizador de cisalhamento, estabilizador de UV, um modificador de coeficiente de atrito, outros aditivos conhecidos dos especialistas na técnica.

Por exemplo, uma formulação da presente invenção pode incluir tensoativos, agentes espumantes, dispersantes, espessantes, retardadores de chama, pigmentos, agentes

antiestáticos, fibras de reforço, agente antiespumante, antiaderente, dispersão de cera, antioxidantes, agente neutralizador, modificador de reologia, preservativos, biocidas, limpadores de ácidos, agente umectante, e  
5 similares. Embora opcionais para os propósitos da presente invenção, outros componentes podem ser muito vantajosos para estabilidade de produto durante e após o processo de fabricação.

Além disso, incorporações da presente invenção incluem,  
10 opcionalmente um agente umectante de carga. Um agente umectante de carga pode auxiliar tornar a carga e a dispersão de poliolefina mais compatíveis. Agentes umectantes úteis incluem sais fosfatos, tal como hexametáfosfato de sódio. Pode-se incluir um agente  
15 umectante de carga numa composição da presente invenção numa concentração de pelo menos cerca de 0,5 parte por 100 partes em peso de carga.

Além disso, incorporações da presente invenção podem incluir, opcionalmente, um espessante. Os espessantes  
20 podem ser úteis na presente invenção para aumentar a viscosidade de dispersões de baixa viscosidade. Os espessantes apropriados para uso na prática da presente invenção podem ser qualquer um conhecido na técnica tal como por exemplo do tipo poliacrilato ou espessantes não-  
25 iônicos associados tais como éteres de celulose modificados. Por exemplo, espessantes apropriados incluem ALCOGUM™ VEP-II (denominação comercial de Alco Chemical Corporation), RHEOVIS™ e VISCALEX™ (denominações comerciais de Ciba Geigy), espessante UCAR® 146 ou  
30 METHOCEL™ (denominações comerciais de The Dow Chemical Company) e PARAGUM™ 241 (denominação comercial de Para-Chem Southern, Inc.), ou BERMACOL™ (denominação comercial de Akzo Nobel) ou AQUALON™ (denominação comercial de Hercules) ou ACUSOL® (denominação comercial de Rohm &  
35 Haas). Os espessantes podem ser usados em qualquer quantidade necessária para preparar uma dispersão de viscosidade desejada.

A viscosidade final da dispersão é, portanto, controlável. A adição do espessante na dispersão incluindo a quantidade de carga pode ser feita com meios convencionais para resultar, quando necessário, em viscosidades. Portanto, as viscosidades das dispersões podem atingir +3000 cP (spindle Brookfield 4 com 20 rpm) com dosagem moderada de espessante (até 4% preferivelmente, abaixo de 3% baseado em 100 phr de dispersão de polímero). A dispersão polimérica inicial tal como descrita tem uma viscosidade inicial antes da formulação com cargas e aditivos entre 20 cP e 1000 cP (viscosidade Brookfield medida em temperatura ambiente com spindle RV3 a 50 rpm). Ainda mais preferivelmente, a viscosidade inicial da dispersão pode estar entre cerca de 100 e cerca de 600 cP.

Igualmente, incorporações da presente invenção se caracterizam por sua estabilidade quando se adiciona uma carga ao polímero/agente estabilizador. Neste contexto, estabilidade refere-se à estabilidade de viscosidade da dispersão aquosa poliolefínica resultante. A fim de testar a estabilidade, mede-se a viscosidade por um período de tempo. Preferivelmente, a viscosidade medida a 20°C deve permanecer  $\pm 10\%$  da viscosidade original por um período de 24 horas, quando armazenada em temperatura ambiente.

#### Cargas

Incorporações das dispersões aqui divulgadas podem incluir uma carga como parte da composição. Um suprimento de carga apropriado numa dispersão poliolefínica pode ser de cerca de 0 parte a cerca de 600 partes de carga por cem partes de poliolefina. Em determinadas incorporações um suprimento de carga na dispersão pode ser de cerca de 0 parte a cerca de 200 partes de carga por cem partes de uma quantidade combinada da poliolefina e do agente dispersante.

O material de carga pode incluir cargas convencionais tais como vidro moído, carbonato de cálcio, triidrato de

alumínio, trióxido de antimônio, poeira e cinzas, argilas (tal como bentonita ou caulim por exemplo), dióxido de titânio, zeólitos, metais em pó, fibras orgânicas e inorgânicas, incluindo fibras de carbono, fibras de nitreto de silício, malha ou fio de aço, e cintagem de náilon ou poliéster, nanopartículas, agentes de pegajosidade, extensores de óleos, incluindo óleos parafínicos e naftalênicos, e outras cargas conhecidas. Aqueles tendo especialização habitual na técnica reconhecerão que a lista acima não é uma lista completa de polímeros apropriados. Compreender-se-á que a abrangência da presente invenção se restringe apenas às reivindicações.

#### Formulações de dispersão

As dispersões formadas de acordo com incorporações aqui divulgadas podem incluir um polímero-base, que compreende uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e um agente dispersante, que pode compreender pelo menos uma poliolefina polar. Em incorporações preferidas, quando se usa EAA como o agente dispersante, a razão de polímero para EAA é preferivelmente de 50:50 a 90:10, e quando se usa tensoativos de ácidos graxos como o agente dispersante, a razão de polímero para ácido graxo é preferivelmente de 97:3 a 94:6.

Com respeito a poliolefina de cristalinidade mais elevada e ao agente dispersante, em algumas incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de cerca de 30 por cento a cerca de 99 por cento em peso da quantidade total de polímero-base e agente dispersante na composição. Em outras incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de cerca de 50 por cento a cerca de 90 por cento em peso da quantidade total de polímero-base e agente dispersante na composição. Já em outras incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de cerca de 60 por cento a cerca de 80 por cento em peso da quantidade total de polímero-

base e agente dispersante na composição.

A poliolefina de cristalinidade mais elevada pode estar contida na dispersão aquosa numa quantidade de cerca de 1 por cento em peso a cerca de 96 por cento em peso. Em algumas incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode estar presente na dispersão aquosa numa quantidade de cerca de 10 por cento em peso a cerca de 80 por cento em peso. Em outras incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode estar presente na dispersão aquosa numa quantidade de cerca de 20 por cento em peso a cerca de 70 por cento em peso; já em outras incorporações, de cerca de 30 por cento em peso a cerca de 60 por cento em peso.

As dispersões formadas de acordo com incorporações aqui divulgadas podem incluir um polímero-base, que pode incluir uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, um componente polimérico secundário que pode incluir pelo menos uma poliolefina de cristalinidade menor e um agente dispersante. Em algumas incorporações a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de cerca de 30 por cento a cerca de 95 por cento em peso da quantidade total de polímero-base, de polímero secundário, e de agente dispersante na composição. Em outras incorporações, a poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de cerca de 50 por cento a cerca de 80 por cento em peso; já em outras incorporações de cerca de 60 por cento a cerca de 70 por cento em peso. Em algumas incorporações o componente polimérico secundário pode compreender de cerca de 1 por cento a cerca de 48 por cento em peso da quantidade total de polímero-base, de polímero secundário, e de agente dispersante na composição. Em outras incorporações, o componente polimérico secundário pode compreender de cerca de 5 por cento a cerca de 30 por cento em peso; já em outras incorporações de cerca de 10 por cento a cerca de 25 por cento em peso.

Benefícios derivados de uma dispersão de poliolefina de

cristalinidade mais elevada também podem ser percebidos onde se usa a poliolefina de cristalinidade mais elevada como um componente minoritário numa dispersão. Conseqüentemente, dispersões formadas de acordo com  
5 outras incorporações aqui divulgadas podem incluir um polímero-base que pode incluir uma poliolefina de cristalinidade menor, um componente polimérico secundário que pode incluir uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e um agente dispersante. Em algumas  
10 incorporações, o polímero-base pode compreender de cerca de 30 por cento a 95 por cento em peso da quantidade total de polímero-base, poliolefina de cristalinidade mais elevada, e agente dispersante na composição. Em outras incorporações, o polímero-base pode compreender  
15 entre cerca de 50 por cento e cerca de 80 por cento em peso; e já em outras incorporações entre cerca de 60 por cento e 70 por cento em peso. Em outras incorporações, o componente de poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de 1 por cento a 48 por cento em peso da  
20 quantidade total de polímero-base, poliolefina de cristalinidade mais elevada e agente dispersante na composição. Em outras incorporações, o componente de poliolefina de cristalinidade mais elevada pode compreender de 5 por cento a 30 por cento em peso; e já  
25 em outras incorporações de 10 por cento a 25 por cento em peso.

Com respeito à carga, tipicamente, se usa uma quantidade maior que cerca de 0 parte a cerca de 1000 partes por cem partes do polímero (polímero significando aqui a  
30 poliolefina de cristalinidade mais elevada combinada com o polímero secundário (se houver) e o agente dispersante). Em incorporações selecionadas se usam entre cerca de 50 partes e cerca de 500 partes por cem partes de polímero. Em outras incorporações ainda, usa-se de  
35 cerca de 20 partes a 400 partes por cem partes de polímero. Em outras incorporações, usa-se de cerca de 0 parte a cerca de 200 partes por cem partes de polímero.

Os materiais sólidos (poliolefina de cristalinidade mais elevada mais polímero secundário (se houver) mais agente dispersante) estão preferivelmente dispersos em água. Em incorporações preferidas, adiciona-se agente neutralizador suficiente para neutralizar a dispersão resultante para atingir uma faixa de pH entre cerca de 4 e cerca de 14. Em incorporações preferidas, adiciona-se base suficiente para manter um pH entre cerca de 6 e cerca de 11; em outras incorporações, o pH pode estar entre cerca de 8 e cerca de 10,5. Preferivelmente, controla-se o conteúdo de água da dispersão a fim de que o conteúdo de sólidos esteja entre cerca de 1% e cerca de 74% em volume. Noutra incorporação, o conteúdo de sólidos está entre cerca de 25% e cerca de 74% em volume. Em incorporações particulares, a faixa de sólidos pode estar entre cerca de 10% e cerca de 70% em volume. Em outras incorporações particulares, os sólidos variam de cerca de 20% a cerca de 60% em volume. Em incorporações particularmente preferidas, os sólidos variam de cerca de 30% a cerca de 55% em volume.

Dispersões formadas de acordo com incorporações da presente invenção se caracterizam por ter um tamanho médio de partícula de cerca de 0,1 a cerca de 5,0 microns. Em outras incorporações, as dispersões têm um tamanho médio de partícula de cerca de 0,5  $\mu\text{m}$  a cerca de 2,7  $\mu\text{m}$ . Em outras incorporações, as dispersões têm um tamanho médio de partícula de cerca de 0,8  $\mu\text{m}$  a cerca de 1,2  $\mu\text{m}$ . Quando aqui usado, o termo "tamanho médio de partícula" refere-se ao tamanho médio volumétrico de partícula. A fim de medir o tamanho de partícula, podem ser empregadas, por exemplo, técnicas de difração de laser. Nesta descrição, um tamanho de partícula refere-se ao diâmetro do polímero na dispersão. Para partículas poliméricas que não sejam esféricas, o diâmetro da partícula é a média dos eixos longo e curto da partícula. Os tamanhos das partículas podem ser medidos, por exemplo, num analisador de tamanho de partícula por

difração de laser Beckman-Coulter LS230 ou outros dispositivos apropriados, tal como DOWN 102 E06A.

Os revestimentos obtidos das dispersões formadas de acordo com esta divulgação exibem excelente resistência à umidade, repelência à água, resistência a óleo e graxa, aderência térmica em papel e em outros substratos naturais e sintéticos tais como metal, madeira, vidro, películas e fibras sintéticas, e panos tecidos e não-tecidos.

As dispersões aquosas aqui divulgadas podem ser usadas como revestimentos, espumas não curadas, como artigos tais como espumas, e adesivos para ligar e vedar vários substratos, especialmente caixas corrugadas e películas plásticas tais como películas de BOPP, poliésteres e poliamidas. A dispersão aquosa da presente invenção pode ser usada para aplicações tais como um aglomerante de uma composição de revestimento ou de tinta para papel revestido, papelão, ou outro artigo baseado em celulose. Pode-se revestir a dispersão aquosa por várias técnicas, por exemplo, revestimento por aspersão, revestimento de cortina, revestimento com uma máquina de revestir de cilindro, ou uma máquina de revestir por gravura, revestimento com pincel, ou imersão. Preferivelmente, seca-se o revestimento aquecendo o substrato revestido de 70°C a 150°C por 1 segundo a 300 segundos.

Exemplos de dispersões aquosas que podem ser incorporadas na composição aditiva da presente divulgação estão divulgados, por exemplo, na publicação de pedido de patente U.S. nº 2005/0100754, na publicação de pedido de patente U.S. nº 2005/0192365, na publicação PCT nº WO 2005/021638, e na publicação PCT nº WO 2005/0216, todas as quais aqui se incorporam por referência.

Algumas incorporações das espumas formadas com a dispersão aquosa aqui divulgada podem ter um valor de deformação por compressão, definido abaixo, em condições de teste de 80°C, 20 minutos, e 4,4 kPag (0,5 psig), menor que 80 por cento. Em outras incorporações, as

espumas podem ter uma deformação por compressão menor que 70 por cento; em outras incorporações, menor que 65 por cento; e em outras incorporações ainda, menor que 60 por cento.

5 Algumas incorporações das espumas formadas com a dispersão aquosa aqui divulgada podem ter um valor de deformação por compressão, definido abaixo, em condições de teste de 80°C, 20 minutos, e 1,7 kPag (0,25 psig), menor que 70 por cento. Em outras incorporações, as  
10 espumas podem ter uma deformação por compressão menor que 60 por cento; em outras incorporações, menor que 55 por cento; e em outras incorporações ainda, menor que 50 por cento.

15 Algumas incorporações das espumas formadas com a dispersão aquosa aqui divulgada podem ter um valor de deformação por compressão, definido abaixo, em condições de teste de 80°C, 20 minutos, e 0,69 kPag (0,1 psig), menor que 60 por cento. Em outras incorporações, as espumas podem ter uma deformação por compressão menor que  
20 50 por cento; em outras incorporações, menor que 45 por cento; e em outras incorporações ainda, menor que 40 por cento.

#### Formação da dispersão

25 As dispersões da presente invenção podem ser formadas por qualquer número de métodos reconhecidos por aqueles especializados na técnica. Em incorporações selecionadas, as dispersões podem ser formadas usando técnicas, por exemplo, de acordo com os procedimentos descritos em WO 2005/021638, que aqui se incorpora inteiramente por  
30 referência.

35 Numa incorporação específica, pode-se amassar sob fusão uma poliolefina de cristalinidade mais elevada e um agente dispersante juntamente com água e um agente neutralizador para formar uma dispersão. Aqueles com especialização habitual na técnica reconhecerão que pode ser usado um número de outros agentes neutralizadores. Em algumas incorporações, a dispersão é primeiramente

diluída para conter de cerca de 1% a cerca de 3% em peso de água e depois, subseqüentemente, diluída ainda para compreender mais que cerca de 25% em peso de água.

Pode-se usar qualquer meio conhecido de amassar sob fusão. Em algumas incorporações, usa-se um amassador, um 5 misturador BANBURY®, uma extrusora de uma só rosca ou uma extrusora de múltiplas roscas. Particularmente, não se limita a um processo para produzir as dispersões de acordo com a presente invenção. Um processo preferido, 10 por exemplo, é um processo compreendendo amassar sob fusão os componentes acima mencionados de acordo com as patentes U.S. n°s 5.756.659 e 6.455.636.

A Figura 1 ilustra um diagrama esquemático de uma extrusora para fabricar dispersões poliméricas. Uma 15 extrusora 1, tal como uma extrusora de duas roscas, pode ser acoplada a um dispositivo controlador de pressão 2, tal como, mas não limitada a uma válvula controladora de pressão, um regulador de contrapressão, uma bomba de fusão, uma bomba de rodas dentadas, e similares. Provê-se 20 também um reservatório de agente neutralizador 3 e um reservatório de água inicial 4, cada um deles incluindo uma bomba (não mostrada). Provêm-se quantidades desejadas de agente neutralizador e de água inicial do reservatório de agente neutralizador 3 e do reservatório de água 25 inicial 4, respectivamente. Pode-se usar qualquer bomba apropriada, mas em algumas incorporações usa-se uma bomba que provê o fluxo desejado numa pressão de 24 MPag (240 bar, 3480 psig) para prover o agente neutralizador e a água inicial para a extrusora 20. Em outras 30 incorporações, uma bomba de injeção de líquido provê o fluxo requerido a 20 MPag (200 bar, 2900 psig) ou a 13,3 MPag (133 bar, 1930 psig). Em algumas incorporações, o agente neutralizador e a água são pré-aquecidos num pré-aquecedor.

35 Resinas poliméricas, na forma de pelotas, pó, ou flocos, por exemplo, podem ser alimentadas do alimentador 7 para uma entrada 8 da extrusora 1, onde a resina é fundida ou

composta. Tipicamente, adiciona-se o agente dispersante na extrusora através e juntamente com a resina mas pode ser provido separadamente para a extrusora de duas roscas 1. A resina fundida é depois despachada da zona de 5 misturação e transporte para uma zona de emulsificação da extrusora onde se adicionam as quantidades de água e de agente neutralizador dos reservatórios 3 e 4 através da entrada 5. A mistura emulsificada pode ser diluída ainda com água adicional via entrada 9 do reservatório 6 numa 10 zona de diluição e resfriamento da extrusora 1. Tipicamente, dilui-se a dispersão em pelo menos 30 por cento em peso de água na zona de resfriamento.

Em algumas incorporações, o agente dispersante pode ser adicionalmente ou exclusivamente adicionado na corrente 15 de água. Em algumas incorporações, dilui-se ainda a mistura emulsificada com mais água de entrada 9 do reservatório 6 numa zona de diluição e resfriamento da extrusora 1. Tipicamente, dilui-se a dispersão em pelo menos 30 por cento em peso de água na zona de 20 resfriamento. Além disso, a mistura diluída pode ser diluída qualquer número de vezes até se atingir a diluição desejada. Em algumas incorporações, não se adiciona água na extrusora de duas roscas 1 mas preferivelmente para uma corrente contendo a resina 25 fundida após ela ter deixado a extrusora.

A Figura 2 ilustra um diagrama esquemático de um sistema de extrusão usado em incorporações aqui divulgadas. Um extrusora 30, tal como uma extrusora de duas roscas, pode ser acoplada a uma válvula controladora 32, para 30 controlar a pressão de descarga de extrusora. Em algumas incorporações, a válvula controladora 32 pode ser uma válvula controladora de esferas em V. Em outras incorporações, a válvula controladora 32 pode ser uma válvula controladora de esferas em V micro-entalhada.

35 Provê-se também um reservatório de agente neutralizador 34 e um reservatório de meio de dispersão inicial 36, cada um deles incluindo uma bomba (não mostrada). Provêm-

se quantidades desejadas de agente neutralizador e de meio de dispersão inicial do reservatório de agente neutralizador 34 e do reservatório de água inicial 36, respectivamente.

5 Resinas poliméricas, na forma de pelotas, pó, ou flocos, por exemplo, podem ser alimentadas do alimentador 37 para uma entrada 38 da extrusora 30. Tipicamente, adiciona-se o agente dispersante na extrusora através e juntamente com a resina mas pode ser provido separadamente para a  
10 extrusora de duas roscas 30. O polímero e agente dispersante são então fundidos, misturados, e transportados por roscas 40 na zona de misturação e transporte 42.

A resina fundida é então levada da zona de misturação e  
15 transporte para uma zona de criação de emulsão de fase interna 43 (aquí referida como a "zona de HIPE") da extrusora. Na zona de HIPE, se adiciona uma quantidade inicial de meio de dispersão e de agente neutralizador dos reservatórios 34 e 36 através da entrada 44.

20 Na zona de HIPE 43, forma-se o tamanho de partícula de dispersão, baseado na química interfacial dos componentes de mistura, da transferência de massa do agente neutralizador, e da misturação distributiva e dispersiva conferida pelas roscas 40, incluindo tensão, deformação e  
25 freqüência de passagem.

A mistura emulsificada pode ser diluída ainda com meio de dispersão adicional via uma ou mais entradas 46, 47, 48 do reservatório 50 numa zona de diluição 52 da extrusora 30. Tipicamente, dilui-se a dispersão em pelo menos 30  
30 por cento em peso de meio de dispersão na zona de diluição 52. Na zona de diluição 52, reduz-se a fração do conglomerado das partículas de dispersão e a viscosidade. Por exemplo, pode-se reduzir a viscosidade de uma ordem de grandeza de cerca de  $10^6$  a cerca de  $10^2$  centipoise.

35 Uma zona de resfriamento 54 pode estar localizada na direção da extremidade de rosca 40, próxima da saída de extrusora 30. Zona de resfriamento 54, provendo troca de

- calor entre a mistura de dispersão e um meio de resfriamento, não mostrada, pode ser usada para resfriar a mistura de dispersão até uma temperatura abaixo daquela do ponto de ebulição do meio de dispersão. Por exemplo,
- 5 onde o meio de dispersão é água, a mistura de dispersão pode ser resfriada até uma temperatura abaixo de cerca de 100°C. A redução da temperatura de mistura de dispersão pode permitir ainda processamento da mistura sem perda indesejada de meio de dispersão através de evaporação.
- 10 A dispersão resfriada pode então sair da extrusora 30 via saída 56. A saída 56 pode ser acoplada na válvula controladora 32, descrita acima, para manter controle de pressão de descarga de extrusora.
- Em algumas incorporações, com respeito às roscas 40 e aos
- 15 interiores de extrusora 30, um ou mais orifícios de redução rotatórios 58 podem estar localizados ao longo da rosca 40. Além da válvula controladora 32, orifícios de redução rotatórios 58 podem melhorar a estabilidade do processo de formação de dispersão. Em outras
- 20 incorporações, podem ser usados orifícios de redução não-rotatórios, não mostrados.
- Em algumas incorporações, as roscas 40 também podem incluir discos de amassamento de alta misturação 60. Além dos discos de amassamento de alta misturação 60 descritos
- 25 acima, incorporações da extrusora aqui divulgadas podem incluir também discos de amassamento de baixo volume livre 62, que podem minimizar a distribuição de tamanho de partícula pesada em volume das dispersões formadas usando a extrusora 30.
- 30 Em outras incorporações da extrusora, elementos reversos podem ser removidos, impedindo contra misturação indesejada. Em algumas incorporações, adicionalmente, a vedação de matéria fundida pode ser localizada a montante da zona de HIPE.
- 35 Como ilustrado na Figura 2, a zona de HIPE 43 pode ser de comprimento variável. Dependendo da composição de alimentação (tal como polímero, agente dispersante,

agente neutralizador, etc.), pode ser desejável ter uma zona de HIPE mais comprida ou mais curta. Podem ser providos múltiplos pontos de injeção de meio de dispersão 46, 47, 48 para permitir que a zona de HIPE seja  
5 estendida ou encurtada quando necessário. Quando se forma o tamanho de partícula das partículas poliméricas dispersas na zona de HIPE, deve-se prover misturação adequada para desenvolver o tamanho de partícula desejado. Um comprimento variável da zona de HIPE pode  
10 permitir o processamento de uma faixa mais ampla de polímeros numa só extrusora, provendo flexibilidade de processo, entre outros benefícios.

Por exemplo, barris, roscas e pontos de injeção de meio de diluição de extrusora de duas roscas podem ter uma  
15 razão de comprimento para diâmetro (L/D) da zona de HIPE de pelo menos 20 quando se produzem dispersões de ácido graxo e de pelo menos 16 quando se produzem dispersões de EEA. Adicionalmente, barris, roscas e pontos de injeção de meio de diluição de extrusora de duas roscas podem ter  
20 uma primeira L/D de zona de diluição de pelo menos 4 quando se produzem dispersões de ácido graxo e de pelo menos 8 quando se produzem dispersões de EEA.

Os aparelhos descritos acima podem ser usados para produzir dispersões, onde, em algumas incorporações, a  
25 taxa de alimentação de polímero pode variar de cerca de 22 a cerca de 907 kg/h (de cerca de 50 a cerca de 2000 libra/h). Em outras incorporações, a taxa de alimentação de polímero pode variar de cerca de 45 a cerca de 454 kg/h (de cerca de 100 a cerca de 1000 libra/h).

30 Em outras incorporações, a velocidade de rosca pode variar de cerca de 300 rpm a cerca de 1200 rpm. Já em outras incorporações, a pressão de descarga de extrusora podem ser mantida numa pressão variando de cerca de 21 bar a cerca de 56 bar (de cerca de 300 a cerca de 800  
35 psig).

A extrusora acima descrita pode ser usada para formar dispersões poliméricas. Em algumas incorporações, as

dispersões poliméricas podem ser formadas a partir de qualquer polímero termoplástico, a partir de poliolefinas em outras incorporações, e a partir de polímeros baseados em etileno ou de polímeros baseados em propileno em outras incorporações. Em incorporações selecionadas, a extrusora pode ser útil para formar dispersões aquosas de poliolefinas, incluindo polímeros, copolímeros, interpolímeros, e interpolímeros em multiblocos baseados em etileno ou baseados em propileno.

Em particular, dispersões poliolefínicas, quando aplicadas num substrato, podem prover resistência química e à água, vedabilidade térmica, aderência a substratos poliolefínicos, flexibilidade em baixa temperatura. Adicionalmente, a ampla faixa de poliolefinas pode prover matérias-primas para produzir dispersões e revestimentos tendo uma ampla faixa de dureza e resistência térmica. Igualmente, a maioria das poliolefinas obedece a várias normas permitindo contato direto com alimentos.

O processo para formar dispersões poliolefínicas acima descrito pode ser integrado com vários processos a jusante, tais como formação de espuma e secagem por aspersão, para criar espumas, películas, revestimentos, pós, e outros produtos de valor agregado. Adicionalmente, as dispersões podem prover alguma sinergia com outros componentes de sistema poliolefínico, tais como fibras e películas.

Em incorporações particulares, pode-se desejar utilizar a dispersão na forma de espuma. Quando se preparam espumas, prefere-se, freqüentemente, transformar a dispersão em espuma não curada. Espumas curadas e não-curadas podem ser preparadas tal como descrito em WO 2005/021622, que aqui se incorpora inteiramente por referência. Na prática desta invenção prefere-se o uso de um gás como agente formador de espuma não curada. Exemplos de agentes formadores de espumas não curadas incluem: gases e/ou misturas de gases tais como, ar, dióxido de carbono, nitrogênio, argônio, hélio, e similares. O uso de ar como

um agente formador de espuma não curada é particularmente preferível. Tipicamente, os agentes formadores de espumas não curadas são introduzidos por introdução mecânica de um gás num líquido para formar uma espuma não curada.

5 Esta técnica é conhecida como formação mecânica de espuma não curada. Na preparação de uma dispersão em forma de espuma não curada, prefere-se misturar todos os componentes e então misturar o ar ou gás na mistura, usando equipamento tal como um formador de espuma não  
10 curada OAKES, MONDO ou FIRESTONE.

Os tensoativos úteis para preparar uma espuma não curada estável são aqui referidos como estabilizadores de espuma. Os estabilizadores de espuma são úteis na prática da presente invenção. Aqueles com especialização habitual  
15 na técnica reconhecerão que pode ser usado um número de estabilizadores de espuma. Os estabilizadores de espuma podem incluir, por exemplo, sulfatos, succinamatos, e sulfossuccinamatos.

#### Exemplos

20 Para testar a dispersibilidade de poliolefinas de cristalinidade mais elevada, formula-se um número de dispersões, e medem-se seus desempenhos. Como um teste inicial, formam-se sete dispersões usando EAA como agente estabilizador. Especificamente, formam-se misturas 70/30  
25 de polímero/agente estabilizador, usando copolímero de etileno/ácido acrílico termoplástico com um conteúdo de ácido acrílico de 20,5% em peso, uma densidade de cerca de 0,958 g/cm<sup>3</sup> (ASTM D-792), um índice de fusão de 13,5 g/10 min (determinado de acordo com ASTM D 1238 a 125°C e  
30 2,16 kg), uma  $M_w/M_n$  de cerca de 3,7, e um ponto de fusão de cerca de 77°C (determinado por DSC numa taxa de varredura de cerca de 10°C por minuto), obtível comercialmente como PRIMACOR 5980I (obtenível de The Dow Chemical Company, Midland, Michigan), como o agente  
35 estabilizador.

Como polímeros-base usam-se: AFFINITY EG8150G (densidade de 0,868 g/cm<sup>3</sup>, MI de 0,5 g/10 min), AFFINITY EG8100G

- (densidade de 0,870 g/cm<sup>3</sup>, MI de 1 g/10 min), AFFINITY PL1280G (densidade de 0,900 g/cm<sup>3</sup>, MI de 6,00 g/10 min), DOWLEX 2035 (densidade de 0,919 g/cm<sup>3</sup>, MI de 6 g/10 min), DOWLEX 2027G (densidade de 0,941 g/cm<sup>3</sup>, MI de 4 g/10 min), copolímero de etileno/1-hexeno DMDA-8907 (densidade de 0,952 g/cm<sup>3</sup>, MI de 6,8 g/10 min), e homopolímero de etileno DMDA-8007 (densidade de 0,965 g/cm<sup>3</sup>, MI de 8,3 g/10 min), todos obteníveis de Union Carbide Corp. e/ou The Dow Chemical Company, Midland, Michigan.
- 10 As condições para preparar as sete formulações estão listadas na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1

Formulação	1	2	3	4	5	6	7
Polímero-base	AFFINITY EG8150G	AFFINITY EG8100G	AFFINITY PL1280G	DOWLEX 2035	DOWLEX 2027G	DMDA-8907	DMDA-8007
Agente estabilizador	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I	PRIMACOR 5980I
Agente neutralizador e concentração	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v	KOH @ 30% w/v
Taxa de alimentador 500 #/h, l/h	280	280	280	280	280	280	280
Taxa de alimentador 200 #/h, l/h	120	120	120	120	120	120	120
Bomba de base libra/h	67	66	67	66	67	67	67
Água de IA libra/h	67	67	67	67	67	68	67
1ª Diluição libra/h	305	304	304	302	305	307	306
2ª Diluição libra/h	145	145	145	145	145	145	145
Taxa de alimentação total l/h	985	984	984	981	985	987	986
Peso e AA em polímero %	20	20	20	20	20	20	20
M <sub>w</sub> de AA g/mol	72	72	72	72	72	72	72
M <sub>w</sub> de base g/mol	56	56	56	56	56	56	56
Conteúdo de sólidos de HIPE calculado % peso/peso	78	78	78	78	78	78	78
Conteúdo de sólidos de 1ª diluição calculado % peso/peso	42	42	42	42	42	42	42
Grav de neutraliz. calculado, %	88	87	87	86	88	87	87
Corrente de motor ZSK, Ampères	149	151	137	142	148	145	143
Velocidade de motor ZSK, rpm	1180	1180	1180	1180	1180	1180	1180
Temp. de disco ZKS Ind., °C	92	88	84	83	84	86	86
Pressão real de sucção, psig	397	405	410	424	394	385	410
Temp. de descarga de refrig., °C	37	37	35	37	36	39	42
Temperatura de água inicial, °C	117	117	117	117	117	117	117
Pressão de água inicial, psig	614	602	528	549	574	529	550
Pressão de 1ª diluição, psig	387	397	399	416	382	363	398
Temperatura de 1ª diluição, °C	110	110	110	109	108	107	106

Fabricam-se as formulações de dispersão anotadas usando uma extrusora semelhante àquela ilustrada na Figura 2. As condições de controle de temperatura de barril/zona para as sete formulações são dadas na Tabela 2 abaixo.

5

Tabela 2

Formu- lação	1		2		3		4	
	Valor prescrito	Real	Valor prescrito	Real	Valor prescrito	Real	Valor prescrito	Real
Zona 1		22		21		20		20
Zona 2	100	91	100	89	100	89	100	90
Zona 3	150	152	150	151	150	153	150	151
Zona 4	150	167	150	164	150	152	150	153
Zona 5	180	205	180	196	180	180	180	185
Zona 6	200	199	200	202	200	204	200	205
Zona 7	200	201	200	197	200	191	200	197
Zona 8	150	166	150	163	150	153	150	154
Zona 9	70	132	70	129	70	125	70	127
Zona 10	70	116	70	114	70	110	70	111
Zona 11	70	83	70	82	70	78	70	80
Zona 12	70	73	70	72	70	71	70	71
Parte de transição °C	70	69	70	76	70	75	70	69
Válvula de desviador °C	100	99	100	101	100	110	100	101

Tabela 2, continuação

Formulação	5		6		7	
	Valor prescrito	Real	Valor prescrito	Real	Valor prescrito	Real
Zona 1		19		19		20
Zona 2	100	87	100	88	100	98
Zona 3	150	150	150	149	150	150
Zona 4	150	161	150	157	150	152
Zona 5	180	179	180	184	180	176
Zona 6	200	203	200	205	200	204
Zona 7	200	203	200	195	200	202
Zona 8	150	162	150	156	150	153
Zona 9	70	129	70	126	70	121
Zona 10	70	114	70	112	70	107
Zona 11	70	81	70	81	70	80
Zona 12	70	72	70	74	70	74
Parte de transição °C	70	76	70	69	70	77
Válv. desviador °C	100	109	100	99	100	110

A Tabela 3 abaixo, mostra os resultados finais das sete formulações.

Tabela 3

Formulação	1	2	3	4	5	6	7
Polímero-base	AFFINITY EG8150G	AFFINITY EG8100G	AFFINITY PL1280G	DOWLEX 2035	DOWLEX 2027G	DMDA- 8907	DMDA- 8007
Densidade de polímero (g/cm <sup>3</sup> )	0,868	0,870	0,900	0,919	0,941	0,952	0,965
MI de polímero dg/min	0,50	1,00	6,00	6,00	4,00	6,80	8,30
Tamanho médio de partícula volumétrico (micron)	2,5	1,8	1,0	1,0	1,2	1,0	0,9
Conteúdo de sólidos, % peso/peso	47,2	46,6	41,9	41,4	41,4	41,4	41,5
Viscosidade, cP	157	179	135	116	104	112	120
pH	9,9	10,1	9,8	10,1	10,2	10,2	10,3
Índice de amarelecimento	1,7	1,4	1,2	1,2	1,3	0,9	0,7
Resíduo filtrável, % peso/peso	0,0142	0,0046	0,0076	0,0028	0,0018	0,0020	0,0044

## Exemplo 8

- 5 Para preparar a dispersão, foram amassadas sob fusão a 145°C numa extrusora de duas roscas numa taxa de 4,5 kg/h, 100 partes em peso de um homopolímero de polietileno de alta densidade, obtenível de The Dow Chemical Company sob a denominação comercial HDPE 30460M,
- 10 com um índice de fusão de cerca de 30 g/10 minutos determinado de acordo com ASTM D-1238 a 190°C e 2,16 kg e um ponto de fusão por DSC de cerca de 130°C (determinado por DSC numa taxa de varredura de cerca de 10°C por minuto) juntamente com 6,4 partes de um ácido carboxílico
- 15 sintético com média de C<sub>26</sub> obtenível de Baker Petrolite com a denominação comercial de UNICID 350.
- No momento em que se amassa sob fusão o produto acima, alimentam-se continuamente 4,6 partes em peso de uma solução aquosa de hidróxido de potássio a 19 por cento em
- 20 peso num orifício de injeção, a jusante, numa taxa de 0,2 kg/h (numa taxa de 4,1 por cento em peso da mistura

total). Esta dispersão aquosa é subsequente diluída com água adicional numa taxa de 17 kg/h antes de sair da extrusora. Obtém-se esta dispersão aquosa tendo um conteúdo de sólidos de 21,9 por cento em peso em pH de 12,2 com uma viscosidade Brookfield menor que 75 cP (spindle RV1, 22°C, 20 rpm). O tamanho de partícula dispersa com um instrumento de espalhamento de luz Coulter LS230 é de 1,12 microns.

#### Exemplo 9

Para preparar a dispersão, foram amassadas sob fusão a 165°C numa extrusora de duas roscas numa taxa de 4,5 kg/h, 100 partes em peso de um copolímero de polipropileno de aleatório, obtível de The Dow Chemical Company sob a denominação comercial de resina de polipropileno DOW 6D43, com uma taxa de fluxo de matéria fundida de cerca de 35 g/10 minutos determinado de acordo com ASTM D-1238 a 230°C e 2,16 kg e um ponto de fusão por DSC de cerca de 140°C (determinado por DSC numa taxa de varredura de cerca de 10°C por minuto) juntamente com 6,4 partes de um ácido carboxílico sintético com média de C<sub>26</sub> obtível de Baker Petrolite com a denominação comercial de UNICID 350.

No momento em que se amassa sob fusão o produto acima, alimentam-se continuamente 4,8 partes em peso de uma solução aquosa de hidróxido de potássio a 16 por cento em peso num orifício de injeção, a jusante, numa taxa de 0,2 kg/h (numa taxa de 4,3 por cento em peso da mistura total). Esta dispersão aquosa é subsequente diluída com água adicional numa taxa de 7,2 kg/h antes de sair da extrusora. Obtém-se esta dispersão aquosa tendo um conteúdo de sólidos de 34,8 por cento em peso em pH de 11,8 com uma viscosidade Brookfield menor que 75 cP (spindle RV1, 22°C, 20 rpm). O tamanho de partícula dispersa com um instrumento de espalhamento de luz Coulter LS230 é de 0,61 micron.

#### Exemplo 10

Para preparar a dispersão, foram amassadas sob fusão a

175°C numa extrusora de duas roscas numa taxa de 4,5 kg/h, 100 partes em peso de um copolímero de polipropileno de aleatório, obtenível de The Dow Chemical Company sob a denominação comercial de resina de polipropileno DOW 6D43, com uma taxa de fluxo de matéria fundida de cerca de 35 g/10 minutos determinado de acordo com ASTM D-1238 a 230°C e 2,16 kg e um ponto de fusão por DSC de cerca de 140°C (determinado por DSC numa taxa de varredura de cerca de 10°C por minuto) juntamente com 42,8 partes em peso de um copolímero de etileno/ácido acrílico termoplástico com um conteúdo de ácido acrílico de 20,5% em peso, uma densidade de cerca de 0,958 g/cm<sup>3</sup> (ASTM D-792) e um índice de fusão de 300 g/10 min (determinado de acordo com ASTM D 1238 a 190°C e 2,16 kg) e um ponto de fusão de cerca de 77°C (determinado por DSC numa taxa de varredura de cerca de 10°C por minuto) obtenível de The Dow Chemical Company.

No momento em que se amassa sob fusão o produto acima, alimentam-se continuamente 38,1 partes em peso de uma solução aquosa de hidróxido de potássio a 14 por cento em peso num orifício de injeção, a jusante, numa taxa de 1,7 kg/h (numa taxa de 21,0 por cento em peso da mistura total). Esta dispersão aquosa é subsequente diluída com água adicional numa taxa de 8,9 kg/h antes de sair da extrusora. Obtém-se esta dispersão aquosa tendo um conteúdo de sólidos de 39,4 por cento em peso em pH de 11,1 com uma viscosidade Brookfield menor de 140 cP (spindle RV1, 22°C, 20 rpm). O tamanho de partícula dispersa com um instrumento de espalhamento de luz Coulter LS230 é de 0,97 micron.

#### Exemplos de extrusoras

Produzem-se dispersões semelhantes àquelas dos Exemplos 1-7 acima usando uma extrusora semelhante àquela ilustrada na Figura 2. A extrusora inclui uma válvula controladora de esferas em V micro-entalhada de limpeza automática, orifícios de redução rotatórios, e os discos de amassamento de alta misturação descritos acima. Com

propósitos comparativos, as operações de extrusora são comparadas com as de uma extrusora não-modificada tendo um regulador de contrapressão na saída da extrusora para controle de pressão, semelhante àquela ilustrada na Figura 1. As duas extrusoras têm L/D's semelhantes tanto para a zona de emulsificação ou zona de HIPE como para a primeira zona de diluição.

A comparação das operações de extrusora indica que a operação da extrusora modificada (Figura 2) é muito melhor comparada com a da extrusora não-modificada. Comparando as Figuras 3A e 3B, as variâncias em pressão de descarga de extrusora (Descarga), pressão de adição de agente neutralizador (IA-PSI), e pressão de primeira zona de diluição (1STDILPSI), são, cada uma, diminuídas para a extrusora modificada, indicando melhoria de estabilidade de processo.

A melhoria de estabilidade de processo atingida através do uso de uma ou mais válvulas controladoras de esferas em V, discos de amassamento de alta misturação, e orifícios de redução rotatórios pode resultar num produto de dispersão mais consistente. Por exemplo, a taxa de alimentação de agente neutralizador pode ser mais consistente, tal como ilustrado na Figura 4, devido à melhoria de controle de pressão de extrusora obtida via uma ou mais modificações notadas.

Espumas de poliolefina de cristalinidade mais elevada formadas com a dispersão de poliolefina de cristalinidade mais elevada podem ter um número de propriedades úteis. Espumas modificadas também estão dentro dos limites de abrangência desta invenção e podem incluir espumas termoplásticas contendo micro-cavidades tais como aquelas divulgadas no pedido provisório de patente U.S. serial n° 60/700.644. Aditivos contendo micro-cavidades incluem materiais tais como polímeros superabsorventes (SAP) para artigos tais como fraldas para recém-nascidos e crianças, produtos para incontinência em adultos, absorventes femininos, artigos de limpeza doméstica, absorventes de

urina de animais domésticos, e absorventes de líquido de sacos de lixo.

Vantajosamente, a presente invenção provê dispersões aquosas de poliolefinas de cristalinidades mais elevadas.

5 Revestimentos e artigos produzidos com as dispersões aqui divulgadas podem ter, vantajosamente, uma maior resistência térmica, maior resistência à deformação por compressão em temperaturas elevadas, e podem exibir uma janela operacional mais ampla em vários processos de  
10 extrusão e moldagem.

Estas dispersões podem ser usadas como revestimentos e artigos tais como espumas. Usos alternativos para estas dispersões incluem adesivos para colar e vedar vários substratos, especialmente caixas corrugadas e películas  
15 plásticas tais como películas de polipropileno orientado biaxialmente (BOPP), poliéster e poliamida. Adicionalmente, estas espumas podem ser usadas na construção de fraldas e absorventes de higiene feminina como a camada de distribuição e absorvente de líquido. As  
20 espumas formadas com as dispersões aqui divulgadas podem prover deformação por compressão significativamente menor a 40°C, permitindo recuperação praticamente completa da espessura original de espuma, uma exigência para o produto final.

25 Noutro aspecto, as dispersões preparadas usando poliolefinas de cristalinidades mais elevadas podem ser usadas como um revestimento ou adesivo onde se requer resistência térmica. Muitas aplicações automotivas requerem resistência térmica em temperaturas maiores ou  
30 iguais a 60°C.

Além da emulsificação mecânica de uma dispersão de poliolefina de cristalinidade mais elevada, misturas de diferentes poliolefinas de cristalinidades mais elevadas e misturas de poliolefinas de cristalinidades mais  
35 elevadas com outras poliolefinas e plásticos podem ser produzidas para melhorar determinadas propriedades tal como aderência em substratos específicos tais como papel

ou vidro e resistência térmica, melhorar a resistência à abrasão de películas poliolefínicas, e permitir a deposição de materiais mais duros sobre um substrato.

Noutra incorporação da presente invenção, uma dispersão de poliolefina de cristalinidade mais elevada aqui descrita pode ser útil num número de outras aplicações. Portanto, numa aplicação, dispersões de poliolefinas de cristalinidades mais elevadas podem ser úteis em artigos baseados em celulose, tendo especialmente um volume específico menor que  $3 \text{ cm}^3/\text{g}$ , por exemplo, estruturas de papel e papelão, incorporando um composto compreendendo uma dispersão aquosa de poliolefina resultando em artigos tendo propriedades melhoradas. Em várias incorporações, os artigos podem ter resistência a óleo e graxa melhorada, resistência à água melhorada, coeficientes de atrito controlados, capacidade de gravação térmica em relevo, formabilidade térmica, resistência úmida e seca melhorada, ou uma maciez melhorada, entre outras. Divulgam-se tais técnicas e composições em pedido de patente U.S. serial nº 60/750.466, aqui expressamente incorporado inteiramente por referência.

Assim, numa aplicação, dispersões de poliolefinas de cristalinidades mais elevadas podem ser úteis para prover um artigo baseado em celulose, especialmente aqueles tendo um volume específico menor que  $3 \text{ cm}^3/\text{g}$ , incluindo: uma composição baseada em celulose e um composto aplicado. No momento da aplicação, o composto aplicado pode ter um valor de resistência a óleo e graxa de pelo menos 9 medido usando o teste de Kit num tempo de exposição de 15 segundos.

Assim, numa aplicação, dispersões de olefinas em multiblocos lineares catalíticas podem ser úteis para prover um artigo baseado em celulose, especialmente aqueles tendo um volume específico menor que  $3 \text{ cm}^3/\text{g}$ , incluindo: uma composição baseada em celulose e um composto aplicado. No momento da aplicação, o composto aplicado pode incluir uma poliolefina de cristalinidade

mais elevada, e pelo menos um agente dispersante. O artigo baseado em celulose pode ter um valor de resistência à água menor que cerca de  $20 \text{ g/m}^2/120$  segundos medido via teste de Cobb.

5 Teste de Kit: o valor de Kit de amostras pode ser determinado usando TAPPI T559cm-02. Executou-se o teste único tal como descrito no teste de TAPPI. Este envolve colocar cinco gotas separadas de óleo sobre a superfície de papelão e inspecionar o papelão após uma quantidade  
10 especificada de tempo de exposição (15 segundos) para observar se aparece qualquer escurecimento acentuado do papel. Uma seqüência de teste de Kit modificado em temperaturas elevadas pode ser útil para distinguir dispersões depositadas preparadas usando os polímeros em  
15 multiblocos lineares catalíticos, especialmente polímeros em blocos baseados em etileno contra outros copolímeros aleatórios baseados em etileno. Tais temperaturas elevadas para teste podem ser tão elevadas quanto  $80^\circ\text{C}$ , mas preferivelmente testadas em torno de  $50^\circ\text{C}$ . Camadas de  
20 películas preparadas usando dispersões depositadas dos polímeros etilênicos em multiblocos lineares catalíticos mostram valores de Kit mais elevados a  $50^\circ\text{C}$  que valores de Kit (igualmente a  $50^\circ\text{C}$ ) para dispersões depositadas baseadas em polímero de aleatório, mesmo em índice de  
25 fusão e densidade global de polímero de etileno semelhantes.

Teste de Cobb: O teste de Cobb pode ser executado de acordo com ASTM D 3285-93. O tempo de exposição foi de 2 minutos. O teste envolve verter um volume conhecido de  
30 água (100 mL) sobre uma área específica da superfície de papelão (100  $\text{cm}^2$ ). O papelão é pesado antes e após a exposição, e a diferença entre os dois pesos pode então ser exprimida como o peso por área unitária de água absorvida naquele dado tempo; quanto menor o valor de  
35 Cobb, melhor será o resultado. Um teste de Cobb modificado ocorrendo em temperaturas elevadas pode ser útil para diferenciar dispersões depositadas produzidas

usando poliolefinas de cristalinidades mais elevadas. Tais temperaturas elevadas para teste podem ser tão elevadas quanto cerca de 80°C, mas preferivelmente em torno de 50°C.

5 Assim, incorporações aqui divulgadas podem se referir a composições baseadas em celulose que são geralmente referidas como "produtos de papel e/ou papelão" (isto é, outros que não toalhas de papel), tais como papel de jornal, madeira compensada não-revestida, madeira  
10 compensada revestida, folha avulsa revestida, folha avulsa não-revestida, papéis industriais e de embalagem, papelão de revestimento, meio de corrugação, papelão reciclado, papelão descolorado, papel de escrever, papel de datilografia, papel de qualidade para foto, papel de  
15 parede, etc. De modo geral, tais composições podem ser formadas de acordo com a presente invenção a partir de pelo menos uma teia de papel.

Por exemplo, numa incorporação, o produto de papel pode conter uma teia de papel de uma só camada formada por uma  
20 mistura de fibras. Noutra incorporação, o produto de papel pode conter uma teia de papel de multicamadas (isto é, estratificada). Além disso, o produto de papel pode ser um produto de uma ou de múltiplas camadas (por exemplo, mais do que uma teia de papel), sendo que um ou  
25 mais das camadas pode conter uma teia de papel formada de acordo com a presente invenção. Normalmente, o peso-base de um produto de papel da presente invenção está entre cerca de 10 g/m<sup>2</sup> (grama por metro quadrado) e cerca de 525 g/m<sup>2</sup>. Normalmente, o volume específico de um produto  
30 de papel de acordo com incorporações da presente invenção está entre cerca de 0,3 cm<sup>3</sup>/g e cerca 2 cm<sup>3</sup>/g.

Qualquer um de uma variedade de materiais pode ser usado para formar os produtos de papel da presente invenção. Por exemplo, o material usado para confeccionar produtos  
35 de papel pode incluir fibras formadas por uma variedade de processos de polpação, tais como polpa de Kraft, polpa de sulfito, polpa termomecânica, etc.

Fibras para fabricação de papel úteis no processo da presente invenção incluem quaisquer fibras celulósicas conhecidas por serem úteis para fabricar folhas-base celulósicas. As fibras apropriadas incluem fibras vírgens de madeira branca e de madeira de lei juntamente com fibras não-lenhosas, bem como fibras secundárias para fabricação de papel (isto é, recicladas) e misturas das mesmas em todas as proporções. Fibras sintéticas não-celulósicas também podem ser incluídas na suspensão aquosa. As fibras para fabricação de papel podem derivar de madeira usando qualquer processo conhecido de polpação, incluindo polpas química de sulfito e Kraft. Fibras apropriadas para fabricar teias de papel compreendem quaisquer fibras celulósicas naturais ou sintéticas incluindo, mas não limitadas a, fibras não-lenhosas, tais como fibras de algodão, abacá, hibisco africano (*Hibiscus cannabibus*), grama sabai, linho, esparto, juta, cânhamo, bagaço, fibras de penugem de qualquer planta que segrega suco leitoso, e fibras de folhas de abacaxi; e fibras lenhosas tais como aquelas obtidas de árvores coníferas ou decíduas, incluindo fibras de madeira branca, tais como fibras Kraft de madeira branca do norte e do sul; fibras de madeira de lei, tais como eucalipto, bordo, bétula, e álamo. As fibras lenhosas podem ser preparadas em formas de alto e baixo rendimento e podem ser transformadas em polpa por qualquer método conhecido, incluindo métodos de polpação de alto rendimento, sulfito, Kraft e outros métodos conhecidos de polpação. Também podem ser usadas fibras preparadas por métodos de polpação em solvente orgânico, incluindo fibras e métodos divulgados na patente U.S. nº 4.793.898, publicada em 27 de dezembro de 1988 para Laamanen et al.; patente U.S. nº 4.594.130, publicada em 10 de junho de 1986 para Chang et al.; e patente U.S. nº 3.585.104. As fibras úteis também podem ser produzidas por polpação com antraquinona, exemplificada pela patente U.S. nº 5.595.628, publicada em 21 de janeiro de 1997

para Gordon et al.

5 Numa incorporação, uma parte das fibras, tal como até 50% em peso seco ou menos, ou de cerca de 5% a cerca de 30% em peso seco, pode ser de fibras sintéticas, tais como  
10 raíom, fibras poliolefínicas, fibras de poliéster, fibras núcleo-invólucro de dois componentes, fibras aglutinantes de multicomponentes, e similares. Uma fibra de polietileno exemplar é PULPEX®, obtível de Hercules, Inc. (Wilmington, DE). Pode ser usado qualquer método de  
15 branqueamento conhecido. Tipos de fibras celulósicas sintéticas incluem raíom em todas as suas variedades e outras fibras derivadas de viscosa ou de celulose modificadas quimicamente. Podem ser usadas fibras celulósicas naturais tratadas quimicamente tais como  
20 polpas mercerizadas, fibras reticuladas e enrijecidas quimicamente, ou fibras sulfonadas. Para boas propriedades mecânicas ao se usar fibras para fabricação de papel, pode ser desejável que as fibras não sejam relativamente danificadas e não muito refinadas ou apenas  
25 ligeiramente refinadas. Embora se possam usar fibras recicladas, as fibras virgens são geralmente úteis por suas propriedades mecânicas e por não terem contaminantes. Podem ser usadas fibras mercerizadas, fibra celulósicas regeneradas, celulose produzida por  
30 micróbios, raíom, e outro material celulósico ou derivados celulósicos. As fibras para fabricação de papel apropriadas também podem incluir fibras recicladas, fibras virgens, ou misturas das mesmas. Em determinadas incorporações de massa elevada e boas propriedades  
35 compressivas, as fibras podem ter uma liberdade padrão canadense de pelo menos 200, mais especificamente de pelo menos 300, mais especificamente ainda de pelo menos 400, e muitíssimo especificamente de pelo menos 500. Em algumas outras incorporações, porções das fibras de até  
90 % em peso seco podem ser de fibras sintéticas.

Outras fibras para fabricação de papel que podem ser usadas na presente divulgação incluem fibras recicladas

ou de aparas de papel e fibras de alto rendimento. Fibras de polpa de alto rendimento são aquelas fibras para fabricação de papel, produzidas por processos de polpação provendo um rendimento maior ou igual à de cerca de 65%, mais especificamente maior ou igual à cerca de 75%, e ainda mais especificamente de cerca de 75% a cerca de 95%. O rendimento é a quantidade resultante de fibras processadas expressa como uma porcentagem da massa de madeira inicial. Tais processos de polpação incluem polpa quimiotermodinâmica alvejada (BCTMP), polpa quimiotermodinâmica (CTMP), polpa termodinâmica pressão/pressão (PTMP), polpa termodinâmica (TMP), polpa química termodinâmica (TMPC), polpas de sulfito de alto rendimento, e polpas de Kraft de alto rendimento, todas as quais deixam as fibras resultantes com altos níveis de lignina. As fibras de alto rendimento são bem conhecidas por sua tenacidade tanto no estado seco como no estado úmido em relação às típicas fibras empastadas quimicamente.

Em algumas incorporações, as fibras de polpas podem incluir fibras de madeira branca tendo um comprimento médio de fibra maior que 1 mm e particularmente de cerca de 2 mm a 5 mm, baseado numa média de comprimento/peso. Tais fibras de madeira branca podem incluir, mas não se limitam a, madeira branca do norte, madeira branca do sul, sequóia, cedro vermelho, cicuta, pinheiro (por exemplo, pinheiros do sul), espruce (por exemplo, espruce negro), combinações das mesmas, e similares. Fibras de polpa obtíveis comercialmente apropriadas para a presente invenção incluem aquelas obtíveis de Neenah Paper Inc. sob a denominação comercial "LONGLAC-19".

Em algumas incorporações, também podem ser usadas fibras de madeira de lei, tais como eucalipto, bordo, bétula, álamo, e similares. Em determinados casos, as fibras de eucalipto pode ser particularmente desejadas para aumentar a maciez da teia. As fibras de eucalipto também podem melhorar o brilho, aumentar a opacidade, e mudar a

estrutura de poro do papel para aumentar a capacidade de torcedura da teia. Além disso, se desejado, podem ser usadas fibras secundárias obtidas de materiais reciclados, tais como polpa de fibras de fontes tais como, por exemplo, papel de jornal, papelão reciclado, e aparas de papel de escritório. Além disso, também podem ser usadas outras fibras naturais na presente invenção, tais como abacá, hibisco africano (*Hibiscus cannabibus*), grama sabai, fibras de penugem de qualquer planta que segrega suco leitoso, e fibras de folhas de abacaxi, e similares. Ademais, em alguns casos, também podem ser utilizadas fibras sintéticas. Algumas fibras sintéticas apropriadas podem incluir, mas não se limitam a, fibras de raion, fibras de copolímero de etileno/álcool vinílico, fibras poliolefínicas, poliésteres, e similares.

Tal como afirmado, o produto de papel da presente invenção pode ser formado proveniente de uma ou mais teias de papel. As teias de papel podem ser de uma camada ou de multicamadas. Por exemplo, numa incorporação, o produto de papel contém uma camada de teia de papel de camada única que se forma proveniente de uma mistura de fibras. Por exemplo, em alguns casos, fibras de eucalipto e de madeira branca podem ser misturadas homogeneamente para formar uma teia de papel de camada única.

Noutra incorporação, o produto de papel pode conter uma teia de papel de multicamadas que se forma proveniente de suprimento de polpa estratificada tendo várias camadas principais. Por exemplo, numa incorporação, o produto de papel contém três camadas onde uma das camadas externas inclui fibras de eucalipto, enquanto que as outras duas camadas incluem fibras de Kraft de madeira branca do norte. Noutra incorporação, uma camada externa e a camada interna podem conter fibras de eucalipto, enquanto que a camada externa restante pode conter fibras de Kraft de madeira branca do norte. Se desejado, as três camadas principais podem incluir também misturas de vários tipos

de fibras. Por exemplo, numa incorporação, uma das camadas externas pode conter uma mistura de fibras de eucalipto e fibras de Kraft de madeira branca do norte. Entretanto, deve-se entender que a teia de papel de multicamadas pode incluir qualquer número de camadas e pode ser confeccionada a partir de vários tipos de fibras. Por exemplo, numa incorporação, a teia de papel de multicamadas pode ser formada proveniente de suprimento de polpa estratificado tendo somente duas camadas principais.

De acordo com a presente invenção, várias propriedades de um produto de papel tal como acima descrito podem ser otimizadas. Por exemplo, resistência (à tração úmida, à tração seca, à ruptura, etc.), maciez, nível de fiapos, nível de encharcamento, e similares, são alguns exemplos de propriedades do produto de papel que podem ser otimizadas de acordo com a presente invenção. Entretanto, deve-se entender que cada uma das propriedades acima mencionadas não necessita ser otimizada em cada caso. Por exemplo, em determinadas aplicações, pode-se desejar formar um produto de papel que tenha resistência aumentada sem considerar a maciez.

A este respeito, numa incorporação da presente invenção, pelo menos uma porção das fibras do produto de papel pode ser tratada com enzimas hidrolíticas para aumentar a resistência e reduzir fiapos. Em particular, as enzimas hidrolíticas podem reagir aleatoriamente com as cadeias de celulose na ou próximo da superfície das fibras para fabricação de papel para criar grupos aldeído isolados na superfície de fibra que são parte da fibra. Estes grupos aldeído se tornam sítios para reticulação com grupos hidroxila expostos de outras fibras quando as fibras são formadas e secas em folhas, aumentando assim a resistência de folha. Além disso, cortando aleatoriamente ou hidrolisando a celulose de fibra predominantemente na ou próximo da superfície da fibra, evita-se ou minimiza-se a degradação do interior da parede de célula de fibra.

Conseqüentemente, um produto de papel confeccionado com estas fibras sozinhas, ou produzidas com misturas destas fibras com fibras de polpa não-tratadas, mostram um aumento nas propriedades de resistência tais como tração a seco, tração úmida, ruptura, etc.

5  
Outros exemplos de composições baseadas em celulose úteis na presente invenção incluem aquelas divulgadas nas patentes U.S. n°s 6.837.970, 6.824.650, 6.863.940 e nos pedidos de patentes U.S. n°s US2005/0192402 e 10 2004/0149412, cada um dos quais aqui incorporado por referência. Teias celulósicas preparadas de acordo com a presente invenção podem ser usadas numa ampla variedade de aplicações, tais como produtos de papel e papelão (isto é, outros que não toalhas de papel), papel de 15 jornal, madeira compensada não-revestida, madeira compensada revestida, folha avulsa revestida, folha avulsa não-revestida, papéis industriais e de embalagem, papelão de revestimento, meio de corrugação, papelão reciclado, e papelão descolorado. As teias produzidas de 20 acordo com a presente invenção podem ser usadas em fraldas, absorventes femininos, materiais compósitos, produtos moldados de papel, copos de papel, pratos de papel, e similares. Os materiais preparados de acordo com a presente invenção também pode ser usados em várias 25 aplicações têxteis particularmente em teias têxteis compreendendo uma mistura de materiais celulósicos e lã, náilon, seda ou outras fibras baseadas em poliamidas ou em proteínas.

Os produtos de papel podem conter uma variedade de tipos 30 de fibras tanto naturais como sintéticas. Numa incorporação, o produto de papel compreende fibras de madeira branca e de madeira de lei. A razão global de fibras de polpa de madeira de lei para fibras de polpa de madeira branca no produto, incluindo formação de folhas 35 individuais do produto pode variar amplamente. A razão de fibras de polpa de madeira de lei para fibras de polpa de madeira branca pode variar de cerca de 9:1 a cerca de

1:9, mais especificamente de cerca de 9:1 a cerca de 1:4, e muitíssimo especificamente de cerca de 9:1 a cerca de 1:1. Numa incorporação da presente invenção, as fibras de polpa de madeira de lei e fibras de polpa de madeira branca podem ser misturadas antes de se formar a folha de papel produzindo dessa maneira uma distribuição homogênea de fibras de polpa de madeira de lei e fibras de polpa de madeira branca na direção z da folha. Noutra incorporação, as fibras de polpa de madeira de lei e fibras de polpa de madeira branca podem ser distribuídas em camadas a fim de dar uma distribuição heterogênea de fibras de polpa de madeira de lei e fibras de polpa de madeira branca na direção z da folha. Noutra incorporação, as fibras de polpa de madeira de lei podem estar localizadas em pelo menos uma das camadas externas do produto de papel e/ou folhas, sendo que pelo menos uma das camadas internas pode compreender fibras de polpa de madeira branca. Em outra incorporação ainda, o produto de papel contém fibras recicladas ou secundárias contendo opcionalmente fibras sintéticas ou virgens.

Além disso, também podem ser usadas fibras sintéticas na presente invenção. Entenda-se que a discussão aqui referente às fibras de polpa inclui fibras sintéticas. Alguns polímeros apropriados que podem ser usados para formar fibras sintéticas incluem, mas não se limitam a, poliolefinas, tais como, polietileno, polipropileno, polibutileno, e similares; poliésteres, tais como poli(tereftalato de etileno), poli(ácido glicólico) (PGA), poli(ácido lático) (PLA), poli(ácido  $\beta$ -málico) (PMLA), poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL), poli(p-dioxanona) (PDS), poli(3-hidroxi butirato) (PHB), e similares; e poliamidas, tais como náilon e similares. Polímeros celulósicos naturais ou sintéticos, incluindo mas não limitados a: ésteres celulósicos; éteres celulósicos; nitratos celulósicos; acetatos celulósicos; butiratos acetatos celulósicos; etil celulose; celuloses regeneradas, tais como viscose, raíom, e similares;

algodão, linho, cânhamo, e misturas dos mesmos podem ser usados na presente invenção. As fibras sintéticas podem se localizar numa ou em todas as camadas e folhas compreendendo o produto de papel.

- 5 Os artigos baseados em celulose podem ser formados por uma variedade de processos conhecidos daqueles especialistas na técnica. As máquinas podem ser configuradas para terem uma seção de formação, uma seção de prensagem, uma seção de secagem, e dependendo do
- 10 artigo formado, opcionalmente um cilindro. Exemplos dos detalhes das etapas de processo e ilustrações esquemáticas podem ser encontrados em "Properties of Paper: An Introduction" ("Propriedades de papel: uma introdução"), 2ª edição, W. Scott e J. Abbot, TAPPI
- 15 Press, 1995. Numa descrição simplificada do processo, tipicamente fornece-se, através de uma caixa superior, uma suspensão diluída de fibras de polpa que se deposita via uma comporta numa dispersão uniforme sobre um pano de formação de uma máquina convencional de fabricação de
- 20 papel. A suspensão de fibras de polpa pode ser diluída até qualquer consistência que seja usada, tipicamente, em processos convencionais de fabricação de papel. Por exemplo, a suspensão pode conter de cerca de 0,01 a cerca de 1,5 por cento em peso de fibras de polpa suspensas em
- 25 água. Remove-se a água da suspensão de fibras de polpa para formar uma camada uniforme de fibras de polpa. Outros processos de fabricação de papel, processos de fabricação de papelão, e similares, podem ser utilizados com a presente invenção. Por exemplo, podem ser usados os
- 30 processos divulgados na patente U.S. nº 6.423.183.
- As fibras de polpa podem ser de qualquer polpa de elevado comprimento médio de fibra, de polpa baixo comprimento médio de fibra, ou misturas das mesmas. A polpa de elevado comprimento médio de fibra tem, tipicamente, um
- 35 comprimento médio de fibra de cerca de 1,5 mm a cerca de 6 mm. Uma polpa de elevado comprimento médio de fibra exemplar inclui uma obtenível de Neenah Paper Inc. sob a

denominação comercial LONGLAC 19.

A polpa de baixo comprimento médio de fibra pode ser, por exemplo, determinadas polpas de madeira de lei virgem e polpa de fibras secundárias (isto é, recicladas) provenientes de fontes tais como, por exemplo, papel de jornal, papelão reciclado, e de lixo de papel de escritório. Tipicamente, a polpa de baixo comprimento médio de fibra tem um comprimento médio de fibra de menos que cerca de 1,2 mm, por exemplo, de 0,7 mm a 1,2 mm.

Misturas de polpas de elevado comprimento médio de fibra e de baixo comprimento médio de fibra podem conter uma proporção significativa de polpas de baixo comprimento médio de fibra. Por exemplo, misturas podem conter mais que cerca de 50 por cento em peso de polpa de baixo comprimento médio de fibra e menos que 50 por cento em peso de polpa de elevado comprimento médio de fibra. Uma mistura exemplar contém 75 por cento em peso de polpa de baixo comprimento médio de fibra e cerca de 25 por cento em peso de polpa de elevado comprimento médio de fibra.

As fibras de polpa usadas na presente invenção podem ser não-refinadas ou podem ser batidas em vários graus de refinação. Pequenas quantidades de resinas de resistência úmida e/ou de aglomerantes de resina podem ser adicionadas para melhorar resistência e resistência á abrasão. Os aglomerantes e resinas de resistência úmida incluem, por exemplo, KYMENE 557 H obtenível de Hercules Chemical Company e PAREZ 631 obtenível de American Cyanamid, Inc. Agentes reticuladores e agentes hidratantes também podem ser adicionados na mistura de polpa. Agentes de desligamento podem ser adicionados na mistura de polpa para reduzir o grau de ligação de hidrogênio se for desejada uma teia de fibra de polpa não tecida solta ou muito aberta. Um agente de desligamento exemplar é obtenível de Quaker Chemical Company, Conshohocken, Pa., sob a denominação comercial QUAKER 2008. A adição de determinados agentes de desligamento na quantidade de, por exemplo, 1 por cento a 4 por cento em

peso do compósito também parece reduzir os coeficientes de atrito estático e dinâmico medidos e melhorar a resistência à abrasão do lado rico em filamento contínuo do pano compósito. Acredita-se que o desligante age como um lubrificante ou redutor de atrito.

Quando se tratam teias de papel de acordo com a presente divulgação, a composição aditiva contendo a dispersão de interpolímero olefinico em multiblocos linear catalítico pode ser aplicada topicamente na teia ou pode ser incorporada na teia pré-misturando com as fibras que se usam para formar a teia. Quando aplicada topicamente, a composição aditiva pode ser aplicada na tela quer a tela esteja ela seca ou úmida. Numa incorporação, a composição aditiva pode ser aplicada topicamente na tela durante um processo de deslizamento. Por exemplo, numa incorporação, a composição aditiva pode ser aspergida sobre a teia ou sobre um tambor secador aquecido para aderir a teia ao tambor secador. A teia pode então ser deslocada do tambor secador. Quando se aplica a composição aditiva na teia e depois aderida ao tambor de secador, a composição pode ser aplicada uniformemente por toda a área superficial da teia ou pode ser aplicada de acordo com um modelo particular.

Quando aplicada topicamente numa teia de papel, a composição aditiva pode ser pulverizada sobre a teia, extrudada sobre a teia, ou impressa sobre a teia. Quando extrudada sobre a teia, pode-se usar qualquer dispositivo de extrusão apropriado, tal como uma extrusora de corante meltblown ou extrusora de revestimento de ranhura. Quando impressa sobre a teia, pode-se usar qualquer dispositivo de impressão apropriado. Por exemplo, pode-se usar uma impressora de jato de tinta ou um dispositivo de impressão por rotogravura.

A dispersão pode ser incorporada em qualquer ponto no processo de fabricação de papel. O ponto durante o processo no qual a dispersão se incorpora à composição baseada em celulose pode depender das propriedades finais

desejadas do produto baseado em celulose, como se detalhará posteriormente. Os pontos de incorporação podem incluir pré-tratamento de polpa, co-aplicação na extremidade úmida do processo, pós-tratamento após  
5 secagem mas na máquina de papel e pós-tratamento tópico. Pode-se atingir a incorporação da dispersão da presente invenção sobre ou na estrutura baseada em celulose por qualquer um dos vários métodos, incorporados por referência, e conhecidos daqueles com especialização  
10 habitual na técnica.

Já noutra incorporação, a dispersão poliolefínica de cristalinidade mais elevada formada de acordo com a presente divulgação é apropriada para impregnar uma  
15 estrutura fibrosa. Em determinados casos, uma estrutura fibrosa impregnada com tal composição de reforço pode prover adequada rigidez, elasticidade, resiliência, aderência, e retenção de forma para uso em reforçadores de calçados, tais como biqueiras e contrafortes de calçados, e similares. Divulgam-se técnicas apropriadas  
20 para impregnação no pedido de patente U.S. nº serial 11/300.993, que aqui se incorpora expressamente por referência em sua totalidade.

Aquele especializado na técnica compreenderá que um grau ou quantidade desejada de impregnação pode variar desde  
25 uma saturação parcial da estrutura fibrosa até uma saturação completa da estrutura fibrosa. O grau desejado de impregnação pode depender de variáveis incluindo a natureza da fibra a ser impregnada e da natureza do impregnado, por exemplo. Aquele especializado na técnica  
30 compreenderá também que as propriedades finais pretendidas da estrutura impregnada influenciarão a seleção dos ingredientes específicos (fibras e dispersões, por exemplo) e dos parâmetros de processo.

Já noutra aplicação, as dispersões de poliolefinas de  
35 cristalinidades mais elevadas podem ser úteis como composições de toner, sendo que se usa pelo menos um selecionado do grupo consistindo de um colorante e um

pigmento magnético com a dispersão, e sendo que a dispersão tem um tamanho de partícula de diâmetro volumétrico médio de cerca de 0,3 a cerca de 8,0 microns. Discutem-se técnicas para formular tais composições de toner no pedido co-pendente, co-atribuído de patente U.S. serial n° 60/779.126, depositado em 3 de março de 2006, que aqui se incorpora expressamente por referência em sua totalidade.

Brevemente, após formar a dispersão, pode-se remover pelo menos um porção do líquido para formar as partículas de toner. Em incorporações selecionadas, pode-se remover substancialmente toda a água para formar as partículas-base de toner. Numa incorporação, pode-se executar a secagem da dispersão secando por aspensão a dispersão. Como é conhecido na técnica, a secagem por aspensão envolve a atomização de um estoque de abastecimento de líquido num jato de gotículas e contatar as gotículas com ar quente numa câmara de secagem. Tipicamente, os jatos são produzidos ou por atomizadores rotatórios (roda) ou por atomizadores de bocal. Evaporação de umidade das gotículas e formação de partículas secas prossegue em condições controladas de temperatura e de fluxo de ar. Descarrega-se o pó substancialmente de modo contínuo da câmara de secagem. Selecionam-se as condições operacionais e o design de secador de acordo com as características de secagem do produto e especificação de pó.

Assim, numa incorporação, uma dispersão pode ser formada, e transportada para outro local, onde a dispersão é submetida a um processo de pós-tratamento tal como secagem por aspensão para formar um toner em pó.

Em incorporações selecionadas, é vantajoso adicionar partículas finas auxiliares nas partículas-base de toner a fim de melhorar a fluidez, a estabilidade de eletrização, ou a resistência à aderência numa temperatura elevada, etc. As partículas finas auxiliares a serem fixadas na superfície das partículas-base de

toner podem ser selecionadas apropriadamente para uso entre várias partículas finas inorgânicas ou orgânicas. Como partículas finas inorgânicas podem ser empregadas, por exemplo: vários carbeto tais como carbeto de silício, carbeto de boro, carbeto de titânio, carbeto de zircônio, carbeto de háfnio, carbeto de vanádio, carbeto de tântalo, carbeto de nióbio, carbeto de tungstênio, carbeto de cromo, carbeto de molibdênio e carbeto de cálcio; vários nitretos tais como nitreto de boro, nitreto de titânio e nitreto de zircônio; vários boretos, tal como boreto de zircônio,; vários óxidos tais como óxido de titânio, óxido de cálcio, óxido de magnésio, óxido de zinco, óxido de cobre, óxido de alumínio, óxido de cério, sílica e sílica coloidal; vários titanatos tais como titanato de cálcio, titanato de magnésio e titanato de estrôncio; fosfatos tal como fosfato de cálcio; sulfetos tal como dissulfeto de molibdênio,; fluoretos tais como fluoreto de cálcio e fluoreto de carbono, vários sabões metálicos tais como estearato de alumínio, estearato de cálcio, estearato de zinco e estearato de magnésio; talco, bentonita vários negros de fumo e negros de fumo condutores, magnetita e ferrita. Como partículas finas orgânicas podem ser empregadas, por exemplo: partículas finas de uma resina de estireno, de uma resina acrílica, de uma resina epóxi ou de uma resina de melamina.

De modo particular, dentre tais partículas finas auxiliares podem ser preferivelmente empregadas: sílica, óxido de titânio, alumina, óxido de zinco, vários negros de fumo ou negros de fumo condutores. Adicionalmente, tais partículas finas auxiliares podem incluir as partículas finas inorgânicas ou orgânicas mencionadas acima, onde se trata a superfície das partículas por tratamento de superfície tal como tratamento hidrofóbico por um agente de tratamento tal como um agente de acoplamento de silano, um agente de acoplamento de titanato, um óleo de silicone, um óleo de silicone

modificado, um verniz de silicone, um agente de acoplamento de silano fluorado, um óleo de silicone fluorado ou um agente de acoplamento tendo grupos amino ou bases de amônio quaternário. Tais agentes de tratamento podem ser usados em combinação como uma mistura de dois ou mais deles.

Como um método para adicionar as partículas finas auxiliares nas partículas-base de toner, um método conhecido consiste em adicioná-las e misturá-las por meio de uma máquina de agitação de alta velocidade tal como um misturador Henschel. Entretanto, a fim de melhorar a resistência à aderência numa alta temperatura, prefere-se ter as partículas finas auxiliares fixadas na superfície das partículas-base de toner. Na presente invenção, fixar significa um método de adição empregando um aparelho capaz de exercer uma tensão de cisalhamento/compressão (doravante referido como um aparelho de tratamento por cisalhamento/compressão) ou um aparelho capaz de fundir ou amolecer a superfície das partículas-base de toner (doravante referido como um aparelho de tratamento superficial por fusão). Por tal tratamento de fixação, as partículas finas auxiliares podem ser firmemente fixadas na superfície das partículas-base de toner sem pulverização substancial das partículas-base de toner, podendo assim melhorar a resistência à aderência durante o armazenamento numa temperatura elevada, e é possível produzir um toner que seja menos provável de causar fusão dos componentes de uma impressora ou copiadora mesmo numa operação contínua de cópia.

Constrói-se o aparelho de tratamento por cisalhamento/compressão para ter um vão estreito definido por uma superfície superior e uma superfície superior, uma superfície superior e uma parede superior, ou uma parede superior e uma parede superior que são mutuamente móveis mantendo, simultaneamente, a distância, a fim de que as partículas a serem tratadas passem forçadamente

através do vão, através do qual uma tensão de compressão e uma tensão de cisalhamento serão exercidas na superfície das partículas sem pulverizá-las substancialmente. Como o aparelho de tratamento por

5 cisalhamento/compressão a ser usado, pode-se mencionar, por exemplo, um aparelho de fusão mecânica fabricado por Hosokawa Micron K.K.

O aparelho de tratamento por fusão superficial de partícula acima mencionado é usualmente construído a fim

10 de que a mistura de partículas-base finas de toner e as partículas finas auxiliares seja instantaneamente aquecida até uma temperatura de pelo menos a temperatura de início de fusão por meio de, por exemplo, uma corrente de ar quente par fixar assim as partículas finas auxiliares.

15 Como o aparelho de tratamento por fusão superficial de partícula a ser usado, pode-se empregar um sistema de revestimento fabricado por Nippon Neumatic K.K.

Já noutra incorporação, dispersões usando um interpolímero olefinicos em multiblocos linear catalítico

20 podem ser úteis como películas, adesivos, ou outras aplicações de vedação e/ou embalagem. Esta aplicação particular envolve aplicar uma dispersão formulada de acordo com a divulgação acima num substrato. Aqueles especializados na técnica compreenderão que se pode usar

25 qualquer substrato. Em particular, pode-se usar uma ampla variedade de substratos poliméricos, e ainda mais particularmente, podem ser usados polímeros orientados. Divulgam-se tais técnicas, por exemplo, na publicação de pedido de patente U.S. nº 20050271888, que aqui se

30 incorpora expressamente por referência em sua totalidade. Já noutra aplicação, dispersões usando uma poliolefina de cristalinidade mais elevada podem ser úteis para formar concentrados termoplásticos reforçados por fibras longas. Divulgam-se técnicas para formar tais concentrados no

35 documento de procurador co-pendente, co-atribuído nº 64154, que aqui se incorpora por referência em sua totalidade.

Embora a invenção tenha sido descrita com respeito a um número limitado de incorporações, aqueles especializados na técnica, tendo o benefício desta divulgação, compreenderão que outras incorporações podem ser elaboradas as quais não se afastam da abrangência da invenção aqui divulgada. Portanto, a abrangência da invenção deve limitar-se apenas às reivindicações anexas. Todos os documentos de prioridade aqui se incorporam completamente por referência para todas as jurisdições nas quais tal incorporação seja permitida. Além disso, todos os documentos aqui citados, incluindo procedimentos de teste, aqui se incorporam completamente por referência para todas as jurisdições nas quais tal incorporação seja permitida até o ponto em que tal divulgação seja consistente com a descrição da presente invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Dispersão aquosa, caracterizada pelo fato de compreender: pelo menos um termoplástico de cristalinidade mais elevada; pelo menos um agente dispersante; e água.
2. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o termoplástico ser uma poliolefina.
3. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o termoplástico ter um peso molecular médio ponderal,  $M_w$ , de cerca de 15.000 a cerca de 1.000.000 g/mol.
4. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender um particulado disperso tendo um tamanho de partícula de diâmetro volumétrico médio maior que 0 até cerca de 10 micrometros.
5. Dispersão, de acordo com a reivindicação 4, caracterizada pelo fato de compreender um particulado disperso tendo um tamanho de partícula de diâmetro volumétrico médio de 1 a cerca de 5 micrometros.
6. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender um particulado disperso e ter um conteúdo médio de sólidos maior que 0 até cerca de 80 por cento em peso.
7. Dispersão, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de compreender um particulado disperso e ter um conteúdo médio de sólidos de cerca de 40 a cerca de 60 por cento em peso.
8. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de a poliolefina de cristalinidade mais elevada ter uma cristalinidade maior que cerca de 50 por cento em peso.
9. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de ter um pH menor que cerca de 12.
10. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizada pelo fato de o agente dispersante compreender pelo menos um copolímero de etileno/ácido carboxílico alfa-beta insaturado.

11. Dispersão, de acordo com a reivindicação 10, caracterizada pelo fato de a razão de poliolefina para copolímero de etileno/ácido carboxílico alfa-beta insaturado estar entre 50:50 e 90:10.

12. Dispersão, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o agente dispersante compreender um ácido graxo.

13. Dispersão, de acordo com a reivindicação 12, caracterizada pelo fato de a razão de polímero para ácido graxo estar entre 97:3 e 94:6.

14. Método para formar uma dispersão aquosa, caracterizado pelo fato de compreender: amassar sob fusão (A) pelo menos um poliolefina de cristalinidade mais elevada, e (B) pelo menos um agente estabilizador, para produzir um produto amassado sob fusão; diluir o produto amassado sob fusão com água; e amassar sob fusão a mistura resultante para formar a dispersão.

15. Método, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de o amassamento sob fusão compreender formar a dispersão aquosa num aparelho de extrusão compreendendo uma zona de criação de emulsão de fase interna elevada variável, e o método compreender ainda controlar uma pressão de saída de aparelho de extrusão via uma válvula de controle de esfera-microentalhe em V auto-limpador.

16. Espuma, caracterizada pelo fato de ser produzida com a dispersão conforme definida pela reivindicação 1.

17. Espuma, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de ter uma deformação por compressão a 85°C, por 20 minutos, numa pressão de 0,5 psig, menor que 70 por cento.

18. Espuma, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de compreender células tendo um tamanho variando de cerca de 5 micrometros de diâmetro a

cerca de 1000 micrometros de diâmetro.

19. Espuma, de acordo com a reivindicação 18, caracterizada pelo fato de as células compreenderem células abertas.

5 20. Espuma, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de a dispersão ter uma viscosidade de não mais que cerca de 50.000 cP a 25°C.

21. Método para formar uma espuma, caracterizado pelo fato de compreender: contatar a dispersão conforme  
10 definida pela reivindicação 1 com ar ou outro gás inerte para formar uma dispersão batida; depositar a dispersão batida sobre um substrato; e secar pelo menos parcialmente a dispersão batida para formar uma espuma, sendo que a dispersão batida se forma numa temperatura  
15 menor que o ponto de fusão do polímero disperso.

22. Artigo baseado em celulose, caracterizado pelo fato de compreender: uma composição baseada em celulose; e um composto aplicado, sendo que o composto aplicado, no momento da aplicação, compreende uma dispersão aquosa  
20 compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e pelo menos um agente dispersante.

23. Processo para formar um artigo, caracterizado pelo fato de compreender: impregnar uma estrutura fibrosa com um composto, o composto compreendendo uma dispersão  
25 aquosa, a dispersão aquosa compreendendo uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e pelo menos um agente dispersante; remover pelo menos uma porção da água da estrutura fibrosa impregnada.

24. Fibra revestida, caracterizada pelo fato de  
30 compreender: um composto em contato com uma porção de uma fibra, sendo que o composto no momento de contato compreende uma dispersão aquosa compreendendo: (I) uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e (II) pelo menos um agente dispersante, sendo que a fibra tem um  
35 diâmetro entre 5 e 55 microns; e sendo que a espessura de uma camada de revestimento do composto sobre a fibra varia de cerca de 0,1 a 10 microns.

25. Fibra revestida, de acordo com a reivindicação 24, caracterizada pelo fato de ser uma fibra baseada em vidro.
26. Composição de toner, caracterizada pelo fato de compreender: um particulado produzido a partir de uma dispersão aquosa, a dispersão compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada; e pelo menos um agente dispersante, e pelo menos um selecionado do grupo consistindo de um corante e um pigmento magnético, sendo que a dispersão tem um tamanho de partícula de diâmetro volumétrico médio de cerca de 0,3 a cerca de 8 microns, sendo que a dispersão foi pelo menos parcialmente seca tal que o nível de líquido seja de pelo menos 50 por cento daquele nível de líquido da dispersão para formar o particulado.
27. Método para formar uma camada sobre um substrato, caracterizado pelo fato de compreender: aplicar uma dispersão aquosa num substrato, a dispersão compreendendo: uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, e pelo menos um agente dispersante; remover pelo menos uma porção da água da dispersão para formar uma primeira camada.
28. Método, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de o substrato compreender pelo menos um polímero orientado.
29. Método, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de o substrato ser selecionado do grupo consistindo de fibras, esteiras, não-tecidos, tecidos, e panos.
30. Método, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de o substrato ser um forro de tapete.
31. Método, de acordo com a reivindicação 27, caracterizado pelo fato de o substrato ser um metal.
32. Método para preparar um concentrado de fibras longas, compreendendo fibras e uma resina termoplástica, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: (I)

revestir fibras contínuas com uma dispersão aquosa, sendo que a dispersão aquosa compreende uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, pelo menos um agente dispersante, para formar fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas; (II) aquecer as fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas; (III) cortar as fiadas de fibras contínuas revestidas termoplásticas secas formando pelotas de concentrado de fibras longas secas; e (IV) isolar as pelotas de concentrado de fibras longas secas.

33. Método para preparar um concentrado de fibras longas, compreendendo fibras e uma resina termoplástica, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de: (I) revestir fibras longas cortadas com uma dispersão aquosa, sendo que a dispersão aquosa compreende uma poliolefina de cristalinidade mais elevada, pelo menos um agente dispersante, para formar pelotas de fibras cortadas revestidas termoplásticas; (II) aquecer as pelotas de concentrado de fibras cortadas revestidas; e (III) isolar as pelotas de concentrado de fibras longas secas.

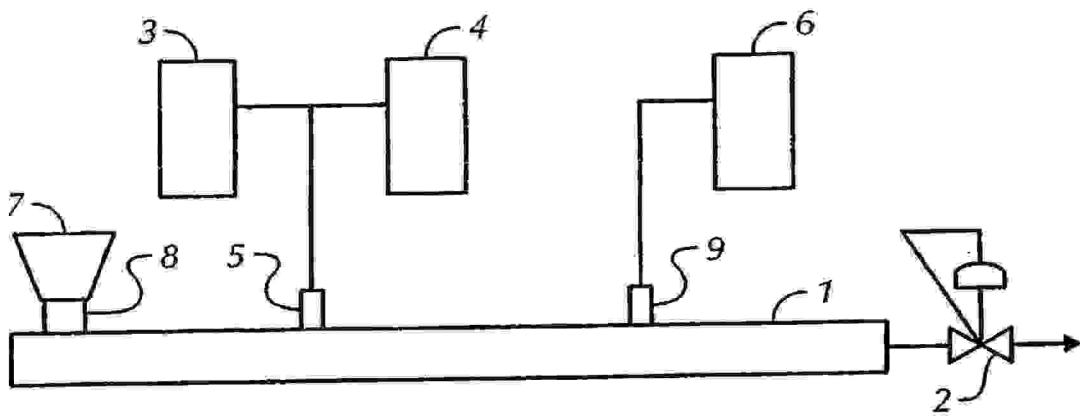


FIG.1

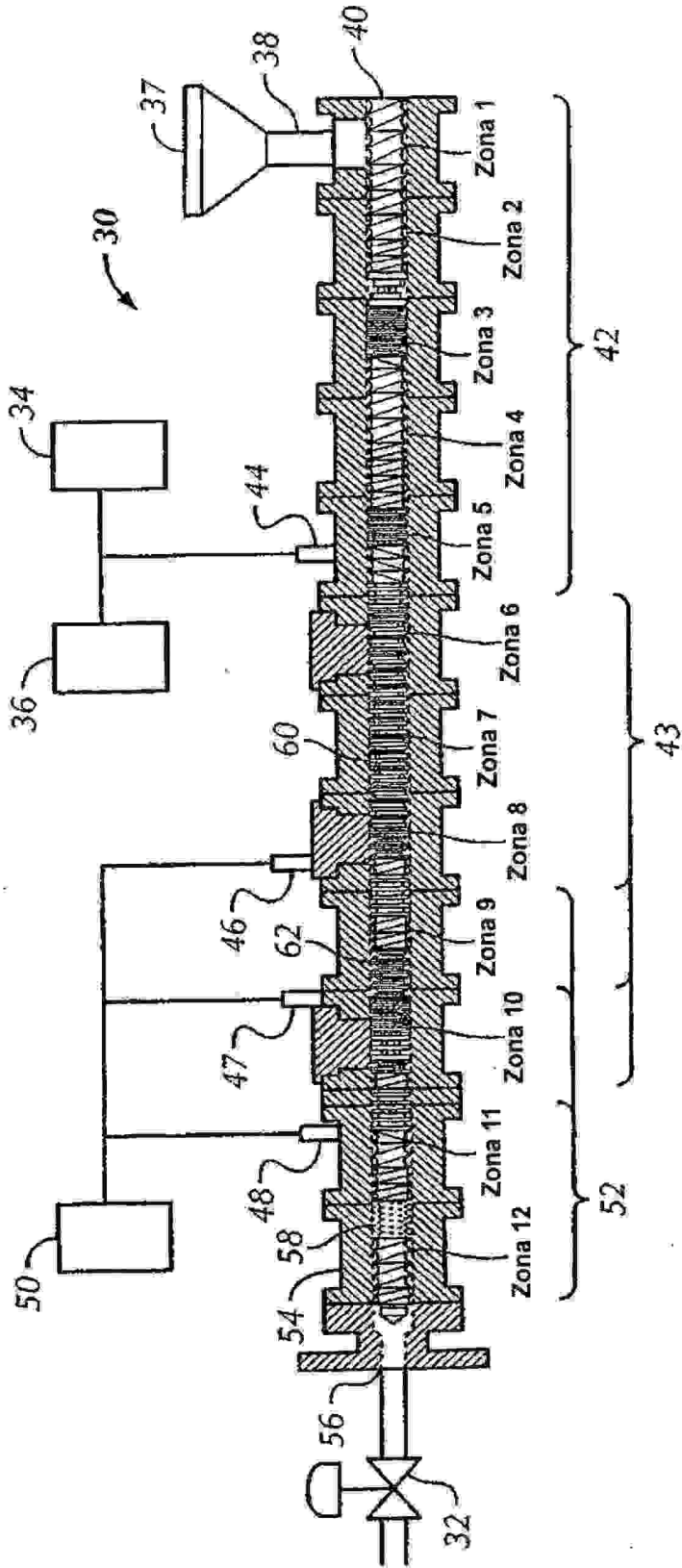


FIG.2

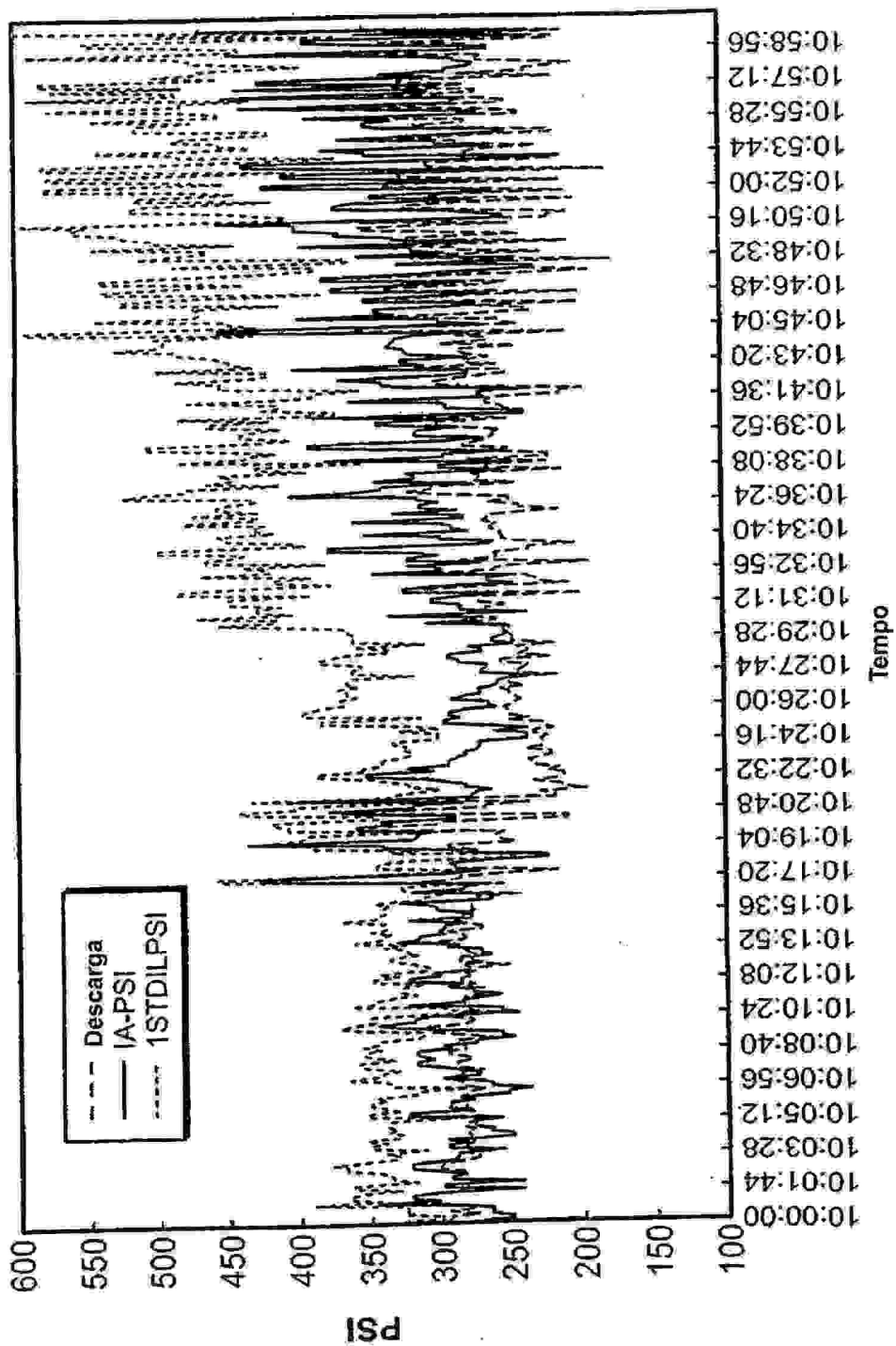


FIG.3A

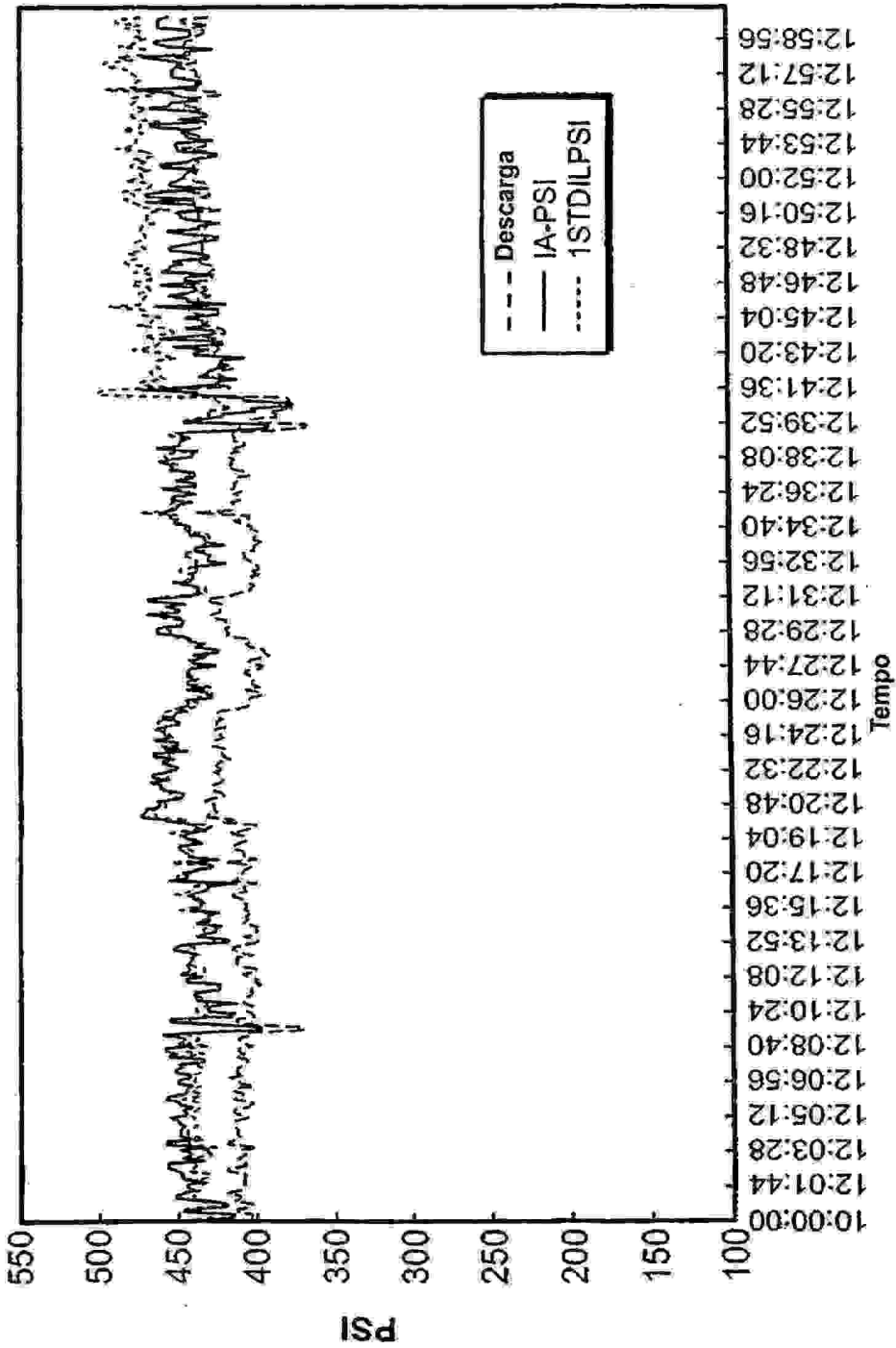


FIG.3B

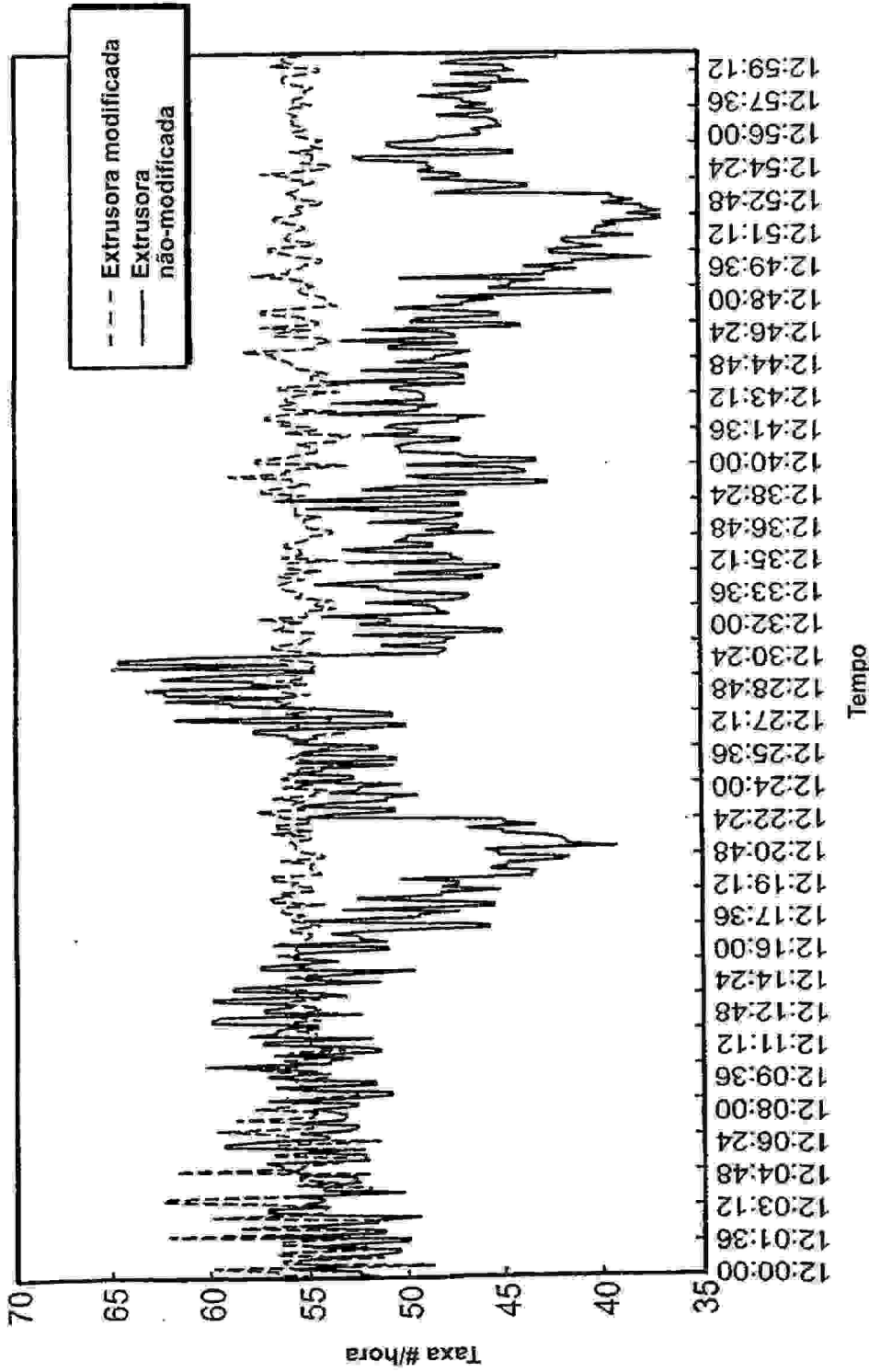


FIG.4

RESUMO

"DISPERSÃO AQUOSA, MÉTODO PARA FORMAR UMA DISPERSÃO AQUOSA, ESPUMA, MÉTODO PARA FORMAR UMA ESPUMA, ARTIGO BASEADO EM CELULOSE, PROCESSO PARA FORMAR UM ARTIGO, 5 FIBRA REVESTIDA, COMPOSIÇÃO DE TONER, MÉTODO PARA FORMAR UMA CAMADA SOBRE UM SUBSTRATO E MÉTODO PARA PREPARAR UM CONCENTRADO DE FIBRAS LONGAS".

Divulgam-se dispersões e métodos para formar dispersões que incluem uma poliolefina de cristalinidade mais 10 elevada e pelo menos um agente dispersante. Divulgam-se também várias aplicações para uso das dispersões.