

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

(21) **PI 1101530-6 A2**

(22) Data de Depósito: 19/04/2011
(43) Data da Publicação: 27/11/2012
(RPI 2186)



(51) *Int.Cl.:*

C08F 2/22

C08F 8/46

C08F 257/02

(54) Título: PÓ DE POLÍMEO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, MÉTODO PARA PROUZIR UM PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, COMPOSIÇÃO CERÂMICA

(30) Prioridade Unionista: 20/04/2010 US 61/325925, 14/05/2010 US 61/335630, 14/05/2010 US 61/335630, 20/04/2010 US 61/325925

(73) Titular(es): Dow Global Technologies, LLC.

(72) Inventor(es): Liang Hong, Linda H. Kim-Habermehl, Mladen Ladika

(57) Resumo: PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, MÉTODO PARA PRODUZIR UM PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, COMPOSIÇÃO CERÂMICA. Um pó de polímero redispersável em água é produzido pela secagem de uma mistura aquosa de um látex ou emulsão de um polímero formador de película insolúvel em água de tamanho de partícula médio grande, baixa T_g , baixa carboxilação e um estabilizador de colóide. Polímero de látex pode ter um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 5.000Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou misturas dos mesmos, com base no peso do polímero. Dispersões contendo o polímero e um álcool polivinílico com um estabilizador coloidal exibem uma baixa viscosidade não esperada que facilita a secagem por pulverização e permite o uso de dispersões de alto teor de sólidos com secagem por pulverização a baixa pressão para aumentar a eficiência de produção. Composições de cimento tais como argamassas, cfue contém o pó de polímero redispersável exibem taxas menores não esperadas de formação de viscosidade para melhor trabalhabilidade ou aplicação por colher, tempos de pega mais rápidos, e características superiores do fluxo de calor.

“PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, MÉTODO PARA PRODUZIR UM PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, E PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E, COMPOSIÇÃO CERÂMICA”

5 CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a composições de pó de polímero redispersável que são preparadas de látex de copolímero de estireno butadieno de baixa carboxilação tendo um tamanho de partícula médio para uso em composições de cimento.

10 FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Em aplicação na construção, argamassas podem ser preparadas com cimento, areia, e polímero orgânico. Para reduzir custos de expedição, o polímero pode ser expedido e adicionado na forma seca como um pó de polímero redispersável. Pós de polímero redispersáveis melhoram a adesão e

15 flexibilidade dos adesivos de azulejo com base em cimento. A forma em pó do polímero é geralmente produzida por secagem por pulverização de uma composição líquida de polímero para obter um pó de escoamento livre. Para realizar esta função na formulação da aplicação para qual é adicionado, tal como concreto, é desejado que na formulação de aplicação o pó de polímero

20 seja facilmente redispersável. Também, na preparação de um pó de polímero redispersável em água (RDP) de um látex ou dispersão de polímero por secagem por pulverização, uma dispersão de polímero de baixa viscosidade é desejada para possibilitar o uso de composições com alto teor de sólidos para facilitar a secagem por pulverização e equipamento de baixa pressão para

25 produção mais eficiente de RDPs sem perda de redispersabilidade. Abaixando a quantidade de carboxilação de um polímero de látex reduz a viscosidade da dispersão de polímero, mas pode adversamente afetar a redispersabilidade. Álcool polivinílico parcialmente hidrolisado (PVOH) é geralmente usado como um colóide protetor para melhorar a redispersabilidade de polímeros

orgânicos. Entretanto, para eficaz redispersabilidade uma grande quantidade de PVOH é necessária e tende a adversamente aumentar a viscosidade da composição ou dispersões de polímero estireno butadieno tornando-se difícil produzir pós por secagem por pulverização. Em geral, argamassas que exibem

5 características de fluxo de calor mais altas e mais rápidas são desejadas para os tempos de fixação mais rápidos com menor viscosidade para melhor trabalhar ou aplicar a argamassa durante a aplicação.

A patente US 3.822.230 para Nelson divulga uma composição de látex tendo um diâmetro de partícula médio de cerca de 500 Angstroms a

10 cerca de 10.000 Angstroms, de preferência de cerca de 1500 Angstroms a cerca de 4.000 Angstroms que podem ser secada por pulverização para um forma de um produto pulverizado que é dispersável em água para formar um látex reconstituído tendo aproximadamente o mesmo tamanho de partícula como o látex original. Entretanto, compostos de formulação adicional tendo

15 dois grupos carboxila vicinais, tais como sal de dissódio de ácido 1, 2, 3, 6-tetrahidroftálico, são requeridos para fornecer redispersabilidade em água; estes aumentam a quantidade de carboxilação.

Argamassas formuladas com os pós de polímero redispersável de estireno e butadieno da presente invenção exibem um tempo de fixação

20 inesperadamente mais rápido e razão inesperadamente menor de desenvolvimento de viscosidade com relação a outros RDPs de estireno e butadieno (SB), que é vantajoso para melhor trabalhar ou aplicar a argamassa durante a aplicação. Assim, a presente invenção resolve o problema de formação de viscosidade da dispersão de látex e composição de PVOH em

25 outras composições de RDP de SB, que permite o uso de composições de alto teor de sólidos para secagem por pulverização e equipamento de baixa pressão para produção de mais eficiência de RDPs sem perda de redispersabilidade.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção fornece um pó de polímero redispersável (RDP) compreende de pelo menos um polímero insolúvel em água preparado de pelo menos um látex de copolímero de estireno e butadieno de baixa T_g , grande tamanho de partícula, baixa carboxilação, insolúvel em água e um estabilizador coloidal, por exemplo, álcool polivinílico (PVOH), sem a necessidade e um composto carboxílico de seis membros tendo dois substituintes de carboxila vicinais para redispersabilidade. O pó de polímero redispersável em água da presente invenção transmite características de boa adesão, características de fluxo de calor rápido, alto, um tempo de fixação inesperadamente mais rápido e razão inesperadamente menor de formação de viscosidade para composições com base em cimento. O RDP compreende uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água e um ou mais estabilizantes coloidais, de preferência um álcool polivinílico (PVOH), onde o polímero formador de película compreende um copolímero de estireno-butadieno ou o produto de copolimerização de estireno e butadieno com um ou mais outro monômero. O polímero formador de película tem um tamanho de partícula de 2.000Å a 5.000Å, de preferência de 2.100Å a 3.900Å, mais preferivelmente de 2.200Å a 3.500Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso, de preferência de 0,5% em peso a 2,5% em peso, mais preferivelmente de 1% em peso a 2% em peso, de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou misturas dos mesmos, de preferência ácido itacônico e/ou ácido maleico, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água. A quantidade de carboxilação nos RDPs da presente invenção pode variar de 0,1% em peso ou mais, de preferência, 0,5% em peso ou mais, ou até 2,75% em peso, de preferência, até 2,5% em peso, ou mais preferivelmente, até 2% em peso, com base no peso total do RPD. Assim, a quantidade de carboxilação nos RDPs da presente invenção pode consistir

essencialmente da carboxilação da copolimerização do polímero formador de filme, ou seja, dos ácidos dicarboxílicos copolimerizados no polímero formador de película. De modo alternativo, os RDPs podem incluir até 0,75% em peso, com base no peso total dos RDPs, de ácidos dicarboxílicos adicionais, ácidos monocarboxílicos, ácidos policarboxílicos, por exemplo, ácido cítrico, seus sais ou suas misturas, para uso nas composições contendo cimento, o polímero formador de película tem uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 30°C, de preferência menos de 28°C, mais preferivelmente menos de 25°C. Em outro aspecto, a presente invenção fornece aditivos de processamento de cerâmica de pó redispersável de SB para uso em composições cerâmicas que compreende um ou mais ingredientes, tais como, por exemplo, cloretos de metal, óxidos de metal e sais de metal que quando sinterizados ou calcinados formam uma cerâmica, em que o polímero pode ter uma temperatura de transição vítrea (T_g) até 110°C e neste aspecto pode ter uma T_g muito alta para ser formador de película embora possa ser polimerizado a partir dos mesmos tipos de monômeros como os polímeros formadores de película. Nas modalidades preferidas da invenção, o polímero formador de película insolúvel em água é um copolímero que compreende os monômeros de estireno, butadieno, ácido itacônico, e acrilonitrila. Em aspectos da invenção, o estabilizador coloidal compreende um álcool polivinílico numa quantidade de pelo menos 1% em peso, por exemplo, de 2% em peso a 30% em peso, de preferência de 5% em peso a 20% em peso, com base no peso do polímero formador de película.

Em um aspecto da presente invenção, o pó de polímero redispersável pode ser produzido secando uma mistura aquosa do polímero formador de película insolúvel em água e o estabilizador coloidal para obter o pó de polímero redispersável em água. Uma dispersão aquosa do polímero formador de película insolúvel em água pode ser provida por polimerização, e o estabilizador coloidal pode ser misturado com a dispersão aquosa após

polimerização, e depois a dispersão aquosa pode ser secada por pulverização para obter um pó de polímero redispersável em água. Uso do polímero formador de película insolúvel em água, baixa carboxilação, tamanho grande de partícula, baixa T_g com o estabilizador coloidal de PVOH inesperadamente
5 abaixa a viscosidade da composição líquida de polímero que facilita secagem por pulverização e portanto a produção da composição de polímero em um pó redispersável, permitindo o uso de composições de alto teor de sólidos para secagem por pulverização e equipamento de baixa pressão. Excelente redispersabilidade é alcançada mesmo com composições contendo um
10 polímero formador de película insolúvel em água altamente hidrofóbico tendo uma quantidade menor de carboxilação.

Em outro aspecto da presente invenção, uma composição de cimento tal como um adesivo para azulejos com base em cimento, pode ser produzida pela mistura de ingredientes de cimento com um pó de polímero
15 redispersável em água feito de látex de copolímero de SB para obter uma composição, tal como argamassa, que exhibe uma taxa menor inesperada de formação de viscosidade em processamento de látex e no uso que é vantajoso para melhor trabalhar ou aplicar a argamassa e fornece características de fluxo de calor superior, um tempo de fixação inesperadamente mais rápido.

20 BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A presente invenção é ainda ilustrada pelos desenhos que acompanham em que:

FIG. 1 é um gráfico mostrando dados da distribuição de tamanho de partícula para um pó de polímero redispersável da presente
25 invenção acerca da redispersão em água onde o polímero formador de película insolúvel em água é um látex de estireno e butadieno (SB) carboxilado que tem um teor de comonômero de 63,5 partes de estireno, 28,75 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 1,75 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 1,75% em peso de ácido itacônico), com base

no peso total do comonômero), com um tamanho de partícula de 2490Å, e o estabilizador coloidal no pó de polímero redispersável é um álcool polivinílico.

FIG. 2 é um gráfico mostrando dados da distribuição de tamanho de partícula para um pó de polímero redispersável da presente invenção acerca da redispersão em água onde o polímero formador de película insolúvel em água é um látex de estireno e butadieno (SB) carboxilado que tem um teor de comonômero de 62,5 partes de estireno, 29 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 2,5 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 2,5% em peso de ácido itacônico), com base no peso total do comonômero), com um tamanho de partícula de 2660Å, e o estabilizador coloidal no pó de polímero redispersável é um álcool polivinílico.

FIG. 3 é um gráfico mostrando dados da distribuição de tamanho de partícula para um pó de polímero redispersável da presente invenção acerca da redispersão em água onde o polímero formador de película insolúvel em água é um látex de estireno e butadieno (SB) carboxilado que tem um teor de comonômero de 62 partes de estireno, 35 partes de butadieno, e 3 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 3% em peso de ácido itacônico), com base no peso total do comonômero), com um tamanho de partícula de 1500Å, e uma T_g de 8°C, e o estabilizador coloidal no pó de polímero redispersável é um álcool polivinílico.

FIG. 4 é um gráfico mostrando resultados de calorimetria ilustrando características de fulo de calor do Exemplo 1 Pó de Polímero Redispersável (RDP) com relação ao Exemplo 2 RDP e os RPDs dos Exemplos Comparativos A e B.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Salvo indicação em contrário, todas as unidades de temperatura e pressão são temperatura ambiente e pressão padrão (STP).

Todas as variações recitadas são inclusive e combináveis.

Todas as frases compreendendo parênteses denotam um ou ambos da matéria intercalada incluída e sua ausência. Por exemplo, a frase “(met)acrilato” inclui, e, alternativa, acrilato e metacrilato.

5 Como usado aqui, o termo “(met)acrilato” significa acrilato, metacrilato e misturas dos mesmos e o termo “(met)acrílico” usado aqui significa acrílico, metacrílico, e mistura dos mesmos.

10 Como usado aqui, salvo indicação em contrário, a frase “peso molecular” se refere ao peso molecular ponderal médio como medido por cromatografia por permeação a gel (GPC) contra um padrão de poli(metilmetacrilato) ou poli(estireno) para um polímero em emulsão anionicamente estabilizado.

15 Como usado aqui, o termo “polímero” se refere, em alternativa, a um polímero feito de um ou mais monômeros, tais como um copolímero, um terpolímero, um tetrapolímero, um pentapolímero, etc. e pode ser qualquer de um polímero randômico, em bloco, grafitado, sequencial ou gradiente.

20 Como usado aqui, salvo indicação em contrário, a temperatura de transição vítrea (T_g) medida é usada. Como usado aqui o termo “ T_g calculada” se refere a T_g de um polímero calculada usando a equação Fox(T.G. Fox, Bull. Am. Physics Soc., Volume 1, Edição nº 3, página 123 (1956). Como usado aqui o termo “ T_g calculada” significa uma T_g que é medida usando calorimetria por varredura diferencial ou DSC (razão de aquecimento 10°C por minuto, T_g tomada no ponto médio da inflexão).

25 Como usado aqui, salvo indicação em contrário, a frase “tamanho médio de partícula”, se refere ao diâmetro da partícula ou a maior dimensão de uma partícula em uma distribuição de partículas em pó como determinado pelo espalhamento de luz de laser tal que 50% em peso das partículas na distribuição são menores que a partícula e 50% em peso das

partículas na distribuição são maiores que a partícula. Para partículas de dispersão de látex, o tamanho médio de partícula foi medido usando um Nanotrak NPA 150, um produto da Microtrac Inc. (York, Pensilvânia) de acordo com os procedimentos recomendados pelo fabricante via espalhamento de luz dinâmico. O efeito Doppler da luz espalhada por partículas submetidas ao movimento browniano é comparado a um feixe de referência estabelecido pela reflexão Fresnel do laser na interface guia de onda/meio (detecção heteródina) para gerar um espectro de frequência, que é subsequentemente convertido a um histograma de diâmetros de partícula através da equação Stokes-Einstein. Um tamanho de partícula por volume médio foi registrado. Para partículas redispersadas, a distribuição de tamanho de partícula foi medida usando um analisado de tamanho de partícula Counter LS 230, um produto de Beckman Coulter (Brea, Califórnia) de acordo com os procedimentos recomendados pelo fabricante via espalhamento de luz. A luz espalhada de partículas através do espalhamento de laser e espalhamento diferencial de intensidade de polarização é coletada como uma função de ângulo, e subsequentemente convertida a uma distribuição de tamanho de partícula.

Como usado aqui o termo “fixação” como divulgado em Concrete-Microstructure, Properties & Materials, 3ª edição, P. Kumar Mehta, Paulo J. M. Monteiro, página 220, se refere à solidificação da pasta plástica de cimento. O início da solidificação, chamado a fixação inicial, marca o ponto em tempo quando a pasta se torna não trabalhável. A pasta não solidifica de repente; ela requer tempo considerável para se tornar totalmente rígida. O tempo tomado para solidificar completamente marca a fixação final, que não deve ser muito longa de modo a evitar demoras no processo de construção.

Os presentes inventores verificaram que para pós de polímero redispersáveis, aumentar o tamanho de partícula de um polímero de estireno-

butadieno formador de película insolúvel em água de baixa T_g , baixa carboxilação tendo pelo menos um monômero de ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado que fornece à baixa carboxilação, enquanto ao mesmo tempo incluindo um estabilizador coloidal tal como, PVOH no pó de

5 polímero redispersável resulta em composições de cimento tendo características de fluxo de calor inesperadamente superior, que indica cinética melhorada com relação à hidratação do cimento, um tempo de fixação da argamassa inesperadamente mais rápida, e taxa inesperadamente menor de formação de viscosidade da argamassa que é vantajoso para melhor trabalhar

10 ou aplicar a argamassa. Também resulta na viscosidade significativamente menor do látex-PVOH antes de e na secagem por pulverização, que pode desse modo possibilitar o uso de composições com teores de sólidos maiores para secagem por pulverização e equipamento de baixa pressão para mais eficiente produção de pós de polímero redispersáveis sem perda de

15 redispersabilidade. Por exemplo, caracterização por meio de calorimetria mostra que argamassas formuladas com os pós de polímero redispersáveis da presente invenção exibem características de fluxo de calor inesperadamente superior com relação a argamassas formuladas com outros pós de polímero redispersáveis de estireno e butadieno e etileno vinilacetato(VAE).

20 Similarmente, o teste de calorimetria de argamassas mede a razão da evolução de calor que fornece informação da taxa de hidratação e também uma estimativa relativamente rápida de tempo de fixação. Assim, a combinação do tamanho de partícula e nível de carboxilação permite um balanço ótimo de redispersabilidade, facilidade de produção de produção maior, e desempenho

25 para uso final aperfeiçoado.

Os polímeros que podem ser empregados na presente invenção são polímeros formadores de película insolúvel em água tendo um grau menor de carboxilação e um tamanho médio de partícula maior. Polímeros formadores de película insolúvel em água preferidos são copolímero de

estireno-butadieno ou estireno e butadieno copolimerizado com outros monômeros. Nas modalidades da invenção, o polímero formador de película insolúvel em água pode ter um acrílico de baixa carboxilação, tamanho de partícula maior.

5 Copolímeros formadores de película insolúvel em água podem ser preparados por polimerização em suspensão ou emulsão aquosa, de preferência polimerização em emulsão, da maneira convencional, empregando temperaturas de polimerização convencionais, por exemplo, de 40°C a 120°C, de preferência, 70°C ou mais, ou, mas preferivelmente, até
10 105°C, e pressões, por exemplo, com comonômero de dieno pressões sendo de 150 psi (1034 kPa) ou abaixo, de preferência 100 psi (689kPa) ou abaixo. A polimerização pode ser iniciada usando quantidades convencionais de um ou mais iniciador solúvel em óleo (monômero) ou solúvel em água convencionais, tais como t-butil peróxido e hidroperóxido de cumeno, ou uma
15 combinação de iniciador redox, usando um agente redutor tal como sulfitos e bissulfitos. Para controlar o peso molecular, substâncias reguladoras convencionais ou agentes de transferência de cadeia, tais como mercaptanos, alcanóis, e alfa metilestireno dimérico podem ser usados durante a polimerização na maneira convencional em quantidades convencionais de
20 0,01 a 5,0% em peso, ou de preferência, até 3% em peso, com base nos monômeros a serem polimerizados. O processo de polimerização de preferência acontece de maneira conhecida na presença de quantidades convencionais de um ou mais emulsificantes convencionais e/ou colóide protetor, tal como, por exemplo, copolímeros solúveis em água tendo um peso
25 molecular numérico médio de 2000 ou mais. Emulsificantes adequados incluem emulsificantes aniônicos, catiônicos e não iônicos tais como, por exemplo, éteres de alquila ou alquil arila poliglicol. Colóides protetores adequados, em vez de ou em adição a um ou mais tensoativos, podem incluir, por exemplo, álcoois polivinílicos, polissacarídeos em forma solúvel em água,

por exemplo, amidos e celulósicos, proteínas tais como, por exemplo, caseína ou proteína de soja, sulfonatos de lignina, e copolímeros sintéticos tais como, por exemplo, ácido poli(met)acrílico e copolímeros de (met)acrilatos com unidades de comonômero de carboxila funcional.

5 De acordo com métodos de polimerização convencionais, especialmente onde partículas de copolímero de tamanho maior (400 nm ou acima) são polímeros de semente desejados podem ser usados em polimerização ou um látex de semente pode ser formado in-situ. Ver “Encyclopedia of Polymer Science and Technology”, vol. 5, John Wiley & Sons Inc., Nova York, 1966, pg. 846). Após o término da polimerização, monômero residual pode ser removido por métodos conhecidos, tais como, por exemplo, adicionando um expulsor de catalisador redox ou por destilação ou extração.

15 Um ou mais compostos básicos podem ser adicionados antes, durante ou após a polimerização numa quantidade de 0,4 moles ou mais, de preferência de 0,5 a 2 moles, mais preferivelmente 0,6 moles ou mais por mol de grupos carboxílico no copolímero. De modo alternativo, o composto básico pode ser adicionado em tal uma quantidade para ajustar o pH do produto de copolímero aquoso a 8,0 ou mais, ou 9,5 ou mais, de preferência pelo mesmo 20 10,5, e preferivelmente até 12,5. O composto básico pode ser um composto básico inorgânico, de preferência um composto básico inorgânico forte, tal como um hidróxido de metal alcalino ou um hidróxido de metal alcalino terroso, tal como um hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio.

25 Os copolímeros compreendem o produto de copolimerização de 20 a 79,9%, de preferência, 30% ou mais, por exemplo, de 60% a 70% em peso, de um ou mais comonômeros de vinila aromáticos a), de 79,9%, de preferência 60% ou menos, por exemplo, de 20% a 33% em peso de um ou mais comonômeros de 1,3-dieno b), de 0,1 a 2,75%, de preferência de 0,5% a 2,5% ou, mais preferivelmente 40% ou menos ou, mais preferivelmente 20%

ou menos, por exemplo de 3% a 7% em peso, de comonômero d), com base no peso total de monômeros usados para fabricar o polímero.

Os comonômeros e suas proporções em peso são escolhidos para fabricar um copolímero tendo uma temperatura de transição vítrea (T_g) de -20°C e acima, de preferência 0°C ou mais, ou, mais preferivelmente, 10°C e acima, ou acima ou menos que 25°C. Se a T_g é muito alta para uso em composições de cimento, propriedades de uso final sofrem, tais como flexibilidade, especialmente em temperaturas frias, e fissuras. A T_g dos copolímeros pode ser determinada de maneira conhecida por calorimetria de varredura diferencial (DSC). Em usos como aglutinante que impliquem perdas em processamento de cerâmica, a T_g usual do RDP de SB pode ser tal alta quanto 110°C, de preferência 60°C.

Comonômeros adequados a) incluem, por exemplo, estireno, alfa-metilestireno, alquila C₁-C₄-estirenos, tais como o-viniltolueno e terc-butilestireno. Estireno é preferido. Comonômeros b) adequados incluem, por exemplo, 1,3-butadieno e isopreno, 1,3-butadieno sendo preferido. Comonômero c) adequados incluem, por exemplo, ácidos dicarboxílicos etilenicamente insaturados, seus anidridos e seus sais, particularmente ácido itacônico e/ou ácido maleico e/ou ácido fumárico para melhorar a dispersabilidade do pó de polímero redispersável.

Comonômeros opcionais adequados d) incluem, por exemplo, alquil ésteres de ácido (met)acrílico, tais como, por exemplo, acrilato de etila, metacrilato de metila, acrilato de n-butila, ou (met)acrilato de 2-etilhexila, carboxamidas etilenicamente insaturadas e carbonitrilas, tal como, por exemplo, (met)acrilonitrila; diésteres de ácido fumárico ou ácido maleico; (met)acrilatos de hidroxí alquila; monômeros de ácido sulfúrico, tal como sulfonato de estireno-sódio; monômeros de ácido fosforoso, tais como (met)acrilatos de fosfoalquila e comonômeros de reticulação, tais como, por exemplo, divinil benzeno ou dinivil adipatos; comonômeros pósreticulação,

tais como, ácido acrilamidoglicólico (AGA), metilacrilamidoglicolato de metila (MAGME), (met)acrilamida de N-metilolila (NMA) e seus ésteres de alquila; metacrilato de alila ou carbamatos de N-metilol; comonômeros epóxi-funcionais, tais como (met)acrilatos contendo alcóxissilano ou monômeros de vinila.

Para aumentar a redispersabilidade da água do pó obtido sob secagem, um composto básico, conforme descrito acima, pode ser adicionado antes de substancialmente secar a dispersão de copolímero aquoso.

Em uma modalidade preferida, para alcançar uma boa redispersabilidade da água e bom controle de odor, 75% ou mais, preferivelmente, 85% ou mais, ou, mais preferivelmente, 95% ou mais do número total de grupos carboxila no copolímero estão localizados na superfície das partículas do pó de copolímero. Em tais copolímeros, 75% ou mais, preferivelmente, 85% ou mais, ou, mais preferivelmente, 90% ou mais, ou, ainda mais preferivelmente, 95% ou mais dos grupos carboxila da superfície estão presente em sua forma de sal no pó de copolímero.

Uma alta percentagem dos grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas do pó de copolímero obtidas sob secagem podem ser obtidas pelo uso somente de ácido (s) dicarboxílico etilenicamente insaturado como comonômero c), pela alimentação em estágio do monômero, tal como adição do comonômero c) em um estágio avançado das polimerizações, ou pela condução da polimerização em um pH de 3 a 9, preferivelmente, de 4 a 8, preferivelmente 6 ou mais.

A percentagem dos grupos carboxílicos que estão localizados na superfície das partículas do pó obtidos sob secagem inclui todos os grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas de copolímero, aqueles localizados na fase líquida em copolímeros em solução aquosa ácido de baixo peso molecular ou como ácidos carboxílicos livres ou seus sais, por exemplo, ácido cítrico. Ao secar a dispersão de copolímero aquosa, os grupos

carboxílicos localizados nos copolímeros em solução de fase líquida depositam sobre a superfície das partículas de copolímero.

A soma da quantidade molar de grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas de copolímero e a quantidade molar de grupos carboxílicos na fase líquida da dispersão aquosa são separadamente mensuráveis.

Para determinar a quantidade total de grupos carboxílicos no pó de copolímero, a quantidade molar total de grupos carboxílico é medida inchando as partículas de copolímero com um solvente que permite um composto básico forte, tal como hidróxido de sódio, para neutralizar todos os grupos ácidos presentes e o ácido total é titulado via titulação potenciométrica. Por exemplo, 2 g de copolímero úmido são diluídos com água para um volume total de 20 ml e 7,5 ml de uma solução de tensoativo solúvel em óleo, tal como uma solução de um etoxilato de octil fenol em etanol é adicionada. Antes da titulação, 7,5 ml de etil metil cetona é adicionada para inchar as partículas de copolímero. O pH da amostra é ajustado para pH 2,5 usando HCl (0,5 M) e a titulação é realizada com NaOH a 0,5 M. As mudanças no pH são registradas durante titulação e para ajudar a determinar os pontos equivalentes de neutralização dos comonômeros de ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado. Um primeiro ponto de neutralização é registrado quando o HCl previamente adicionado e quaisquer grupos ácidos fortes potencialmente presentes na dispersão aquosa são neutralizados. Um último ponto de neutralização é registrado quando todos grupos carboxílicos que originam dos ácidos dicarboxílicos etilenicamente insaturados c) são neutralizados. O teor de ácido total da amostra pode ser calculado baseado na diferença do volume da adição de NaOH para o primeiro ponto equivalente e o último ponto equivalente.

A quantidade molar de grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas de copolímero e no sêrum é medida sem inchar as

partículas de copolímero com um solvente que permite um composto básico forte, tal como hidróxido de sódio, para neutralizar somente os grupos de ácidos facilmente acessíveis. A superfície a titulação de ácido sérico é realizada usando titulação potenciométrica. Copolímeros úmidos em uma quantidade de 2 g são diluídos com água para um volume total de 20 ml. O pH da amostra é ajustada para pH 2,5 usando HCl (0,5 M). A titulação é realizada com NaOH 0,5 M. As mudanças de pH são registradas durante titulação e permitem a determinação dos pontos equivalentes de neutralização dos grupos de ácido carboxílico localizados na fase sérica e sobre a superfície das partículas de copolímero. Um primeiro ponto de neutralização é registrado quando o HCl previamente adicionado e quaisquer grupos de ácido forte potencialmente presentes na dispersão aquosa são neutralizados. Um último ponto de neutralização é registrado quando todos grupos carboxílicos que original dos ácidos dicarboxílicos etilenicamente insaturados c) são neutralizados. O teor de ácido total da amostra pode ser calculado baseado na diferença de volume da adição de NaOH para o primeiro e último pontos equivalentes.

A quantidade molar medida de grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas de copolímero e na fase líquida da dispersão aquosa é dividida pela quantidade total medida de grupos carboxílicos na dispersão aquosa das partículas de copolímero para calcular a percentagem de grupos carboxílicos que estão localizados na superfície do pó de copolímero.

Para expressar uma percentagem dos grupos carboxílicos localizados na superfície das partículas de pó de copolímero que estão presentes em um pH fornecido na forma de seus sais, a diferença das quantidades de NaOH exigidas para alcançar o primeiro ponto de neutralização e um pH desejado é calculada. Essa diferença é então dividida pela quantidade de NaOH exigida para neutralizar todos os grupos ácidos localizados na superfície das partículas de copolímero, conforme descrito

acima. Assim, onde $V1$ = volume de NaOH para alcançar o primeiro ponto de neutralização, $V2$ = volume de NaOH para alcançar o último ponto de neutralização e $V3$ = volume de NaOH para alcançar um pH fornecido, neutralização em percentual é dada como $(V3-V1)/(V2-V1)*100$.

5 Em modalidades da invenção, o polímero formador de película insolúvel em água tem uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso, preferivelmente de 0,5% em peso a 2,5% em peso, mais preferivelmente de 1% em peso a 2% em peso, de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, seus sais, ou suas misturas,
10 preferivelmente ácido itacônico e/ou ácido maleico e/ou ácido fumárico, baseado no peso total de comonômero ou o peso do polímero formador de película insolúvel em água, tal como copolímero de estireno-butadieno com ácido itacônico. De acordo com a presente invenção, a combinação do tamanho de partícula do polímero e o número de carboxilação total
15 especificado significativamente impacta na redispersabilidade, dispersão de látex e viscosidade da composição de PVOH antes de secar por pulverização, viscosidade da argamassa, e tempo de pega da argamassa. Aumentando a quantidade de carboxilação tende a melhorar a redispersabilidade do pó de RDP do SB, mas adversamente aumenta a viscosidade da dispersão de látex
20 antes da secagem por pulverização, e tende a causar melhor deposição e negativamente impacta no desempenho de uso final das composições de cimento. Assim, quando se deseja obter pós de RDP de SB que exibem boa redispersabilidade de látices com níveis de carboxilação menores. Entretanto, reduzindo a quantidade de carboxilação negativamente impacta na
25 redispersabilidade. Na presente invenção, aumentando o tamanho da partícula do polímero de látex permite uma boa redispersabilidade do pó em níveis menores de carboxilação do látex o que pode fornecer um ótimo equilíbrio de redispersabilidade, viscosidade da composição de PVOH-dispersão de látex antes da secagem por pulverização, viscosidade da argamassa, tempo de pega

e desempenho de uso final.

De acordo com a presente invenção, o polímero formador de película insolúvel em água na dispersão aquosa ou látex a qual é para ser secado por pulverização tem um tamanho de partícula de 2,000 Å a 5,000 Å, preferivelmente de 2,100 Å a 3,900 Å, mais preferivelmente de 2,200 Å a 3,500 Å. Reduzindo o tamanho de partícula médio para abaixo de 2,000 Å tende a adversamente aumentar a viscosidade da dispersão aquosa do polímero e estabilizante coloidal assim impedindo a secagem por pulverização e necessitando de um equipamento de secagem por pulverização em uma pressão maior e/ou níveis menores de sólidos para secagem por pulverização.

As dispersões aquosas ou látex, as quais se referem genericamente a uma dispersão ou emulsão estável de micropartículas de polímero em um meio aquoso, obtidas na presente invenção podem geralmente ter um teor de sólidos de 30 a 75% em peso, por exemplo, entre 35% e 65% em peso, preferivelmente de 40 a 60% em peso.

Os pós de polímero redispersáveis em água da presente invenção incluem uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizante coloidal para estabilização coloidal e redispersabilidade dos pós de polímero em tamanhos de partícula submicrons. Enquanto o álcool polivinílico (PVOH) empregado como um estabilizante coloidal aumenta a viscosidade da dispersão de polímero aquosa antes da secagem por pulverização, o uso de uma baixa carboxilação, polímeros formadores de película insolúveis em água de tamanho de partícula médio maior fornecem uma viscosidade inesperadamente baixa para secagem por pulverização ainda em níveis relativamente altos de estabilizante coloidal e níveis altos de sólidos na dispersão submetida à secagem por pulverização. Álcoois polivinílicos preferidos para uso aqui são álcoois polivinílicos parcialmente hidrolisados. Nas modalidades da invenção, a quantidade de

PVOH ou outros estabilizantes coloidais conhecidos empregados para obter uma estabilidade coloidal podem ter pelo menos 1% em peso, por exemplo, de 2% em peso a 30% em peso, preferivelmente de 5% em peso a 20% em peso, baseado no peso do polímero formador de película insolúvel em água.

5 De acordo com o método para produzir o pó de polímero redispersável da presente invenção, um pó de polímero redispersável em água pode ser produzido pela secagem de uma mistura aquosa do polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizante coloidal para obter um pó de polímero redispersável em água. Em modalidades preferidas, uma
10 dispersão aquosa do polímero formador de película insolúvel em água obtido pela polimerização, é misturada com o estabilizante coloidal para obter substancialmente uma dispersão aquosa homogênea a qual é então secada por pulverização para obter pó de polímero redispersável em água. Em um exemplo, a viscosidade da alimentação a ser secada por pulverização pode ser
15 ajustada via o teor de sólidos de modo que um valor de menos que 1000 mPas (viscosidade Brookfield a 20 revoluções e 23°C), preferivelmente menos que 250 mPas, é obtida. O teor de sólidos da dispersão a ser secada por pulverização pode geralmente ser de 25% a 60% em peso, preferivelmente de 35% a 50% em peso baseado no peso total da dispersão. Para preparar os pós
20 de polímero redispersáveis em água, as dispersões aquosas são secas, preferivelmente secadas por pulverização. Secagem por pulverização pode ser realizada em plantas de secagem por pulverização habituais, com atomização sendo realizada por meio de bocais de um fluido, dois fluidos ou multifluidos ou um atomizador de disco rotatório. Em geral, ar, nitrogênio ou ar
25 enriquecido com nitrogênio pode ser empregado como o gás de secagem, a temperatura de entrada do gás de secagem geralmente não excedendo 200°C, preferivelmente de 110°C a 180°C, mais preferivelmente de 140°C a 170°C. A temperatura de saída pode geralmente ser de 45°C a 120°C, preferivelmente de 60°C a 90°C, dependendo da planta, o T_g da resina e o grau desejada da

secagem.

Em adição ao estabilizante coloidal, aditivos opcionais convencionais em quantidades convencionais podem ser adicionados antes da secagem da dispersão aquosa, tal como um agente anti-espumante em uma
5 quantidade de até 1,5% em peso do anti-espumante, baseado no peso das partículas de polímero. Outros aditivos os quais podem ser empregados em quantidade convencionais incluem um ou mais sais, tais como CaCl_2 e MgCl_2 , emulsificantes ou tensoativos, monossacarídeos, dissacarídeos, e agentes anti-
10 formação de bolo (agentes antibloqueio) tal como caulim. A quantidade do agente anti-formação de bolo pode preferivelmente ser até 30% em peso, mais preferivelmente de 3% em peso a 15% em peso baseado na quantidade de pó total.

O tamanho X50 da distribuição do tamanho de partícula do pó redispersável depende das condições de secagem e equipamento de secagem.
15 X50 representa o diâmetro médio em micrômetros, em que significa que 50% em peso das partículas são menores que esse diâmetro. O pó de polímero redispersável em água produzido preferivelmente tem um diâmetro da granulometria X50 de 5 a 300 micrômetros, preferivelmente de 20 a 200 micrômetros, mais preferivelmente de 50 a 100 micrômetros. A distribuição
20 da granulometria do pó pode ser medida pela difração a laser usando um analisador de granulometria “Sympatec Helos” em uma faixa de medição de 1,8-350 μm e dispersando o pó pelo ar comprimido.

O peso das partículas de polímero no pó, por exemplo, peso do copolímero carboxilado de comonômero de vinila aromático e comonômero
25 de 1,3-dieno descritos aqui no pó, pode preferivelmente ser de 40% em peso a 95% em peso, mais preferivelmente de 65% em peso a 87% em peso do peso total do pó de polímero redispersável em água.

Os pós de polímero redispersáveis, os quais podem ter uma granulometria média de 5 a 100 micrômetros, por exemplo, uma

granulometria de 10 μm a 20 μm podem facilmente ser dispersados em água deionizada para fornecer uma distribuição da granulometria do látex original, tal como menos que 2 μm .

Os pós de polímero redispersáveis em água da presente invenção têm uma variedade de usos. Em modalidades da invenção, os pós de polímero redispersáveis de estireno-butadieno da presente invenção podem ser empregados em misturas com um ou mais pós de polímero redispersáveis acrílicos (RDPs), VAE RDPs, VAE/VeoVA RDPs, RDPs com base em epóxi, dispersão de poliolefina com base em RDPs, e suas misturas. Os pós da presente invenção podem ser empregados como aditivos funcionais em uma ampla variedade de composições tais como materiais de construção, composições de cuidado pessoal, composições farmacêuticas e composições agrícolas, em ambientes ou aplicações com alta concentração de sal, tais como cimento do poço de óleo de perfuração, perfuração de óleo e gás e cimento, e em água dura. Usos adicionais dos pós são em aplicações de gerenciamento de resíduos, tais como composições para coberturas sintéticas para pilhas de material, tais como resíduo, lama de carvão, solo, controle de erosão do solo, o que minimiza infiltração de água, incômodo por poeira fugaz, odor e afinidade a passarinhos. Os pós podem ser usados em coberturas para aterro sanitário alternativos que são pulverizáveis, uso barato amplamente disponível e materiais reciclados ambientalmente corretos, tem boa aderência a plásticos e resíduo de vidro, e podem formar/endurecer dentro de um curto tempo, e em misturas que melhoram a adesão. Os pós podem também ser empregados na produção de espumas, tais como espumas de poliuretano.

Em modalidades preferidas, o pó de polímero redispersável em água pode ser usado como um aditivo em uma composição de pega a qual pode ainda incluir um aglutinante hidráulico inorgânico. Exemplos de aglutinantes inorgânicos incluem cimentos, cimento de magnésia, tal como

cimento Portland, cimento de alumina, cimento pozolânico, cimento de escória, cimento de magnésia e cimento de fosfato; gesso hemihidratado e vidro de água. Usos ilustrativos da composição de polímero de acordo com a presente invenção são em adesivos para azulejos, adesivos para construção, reboco, argamassas comuns, estuque, composições por aplicação por colher, composições de preenchimento, tais como composições de preenchimento de piso (por exemplo, composições de auto-nivelamento do piso), juntas de reparo de concreto, argamassas comuns, compostos de junta de fita, concreto, aplicações de membrana a prova de água, aplicações de membrana de isolamento ao craqueamento, e aditivos para processamento de cerâmica. Em particular, o uso do pó de polímero redispersável em água descrito aqui em uma composição de pega, por exemplo, em adesivos para azulejos baseados em cimento ou em sistemas compósitos de isolamento térmico externo, resultam em composições com resistência à adesão inicial alta, resistência à adesão alta após imersão em água (resistência à água), e resistência à adesão alta após deixar um certo “tempo aberto” antes da aplicação final da composição de pega hidratada. Em modalidades da invenção, o pó de polímero redispersável em água pode ser empregado como um aglutinante para colagem por barbotina, a partir, por exemplo, de matérias-primas tais como sílica, alumina, óxidos de metal alcalino, e óxidos de metal alcalino terroso.

O uso preferido do pó de polímero redispersável em água está em composições de concreto ou outras composições que exibem um alto pH, por exemplo, um pH de pelo menos 11, por exemplo, 11,5 a 13,5. Os pós de polímero redispersáveis da presente invenção podem ser empregados em adesivos para azulejos, tais como adesivos para azulejos com base em cimento. Adesivos para azulejos com base em cimento podem geralmente compreender 5 a 50 partes em peso de cimento, preferivelmente cimento Portland, como o aglutinante hidráulico; 40 a 70 partes em peso de areia de

quartzo, preferivelmente tendo um tamanho de partícula de 0,1 mm a 0,5 mm, como a carga principal, e 0,1% a 10% em peso, preferivelmente 1% a 10% em peso, preferivelmente 1% a 6% em peso (com base no peso seco do adesivo para azulejo) do pó de polímero redispersável de acordo com a presente invenção. Outros componentes opcionais incluem um ou mais éteres de celulose (preferivelmente em uma quantidade total de 0,05% a 1% em peso, mais preferivelmente 0,2% a 0,5% em peso, com base no peso seco do adesivo de azulejo) para controlar a reologia, retenção de água, resistência ao deslizamento e capacidade de trabalho melhorada; pó de quartzo ou cal tendo um tamanho de partícula de 30 µm a 60 µm como uma co-carga fina para melhorar a consistência e capacidade de trabalho; fibras de celulose ou minerais para melhorar a resistência ao deslizamento.

Outro uso dos pós de polímero redispersáveis em água está em compostos de auto-nivelamento para piso SLFC. Os pós podem ser adicionados para melhorar a adesão ao substrato, à flexibilidade, a resistência à abrasão e propriedade antienvelhecimento. Em outras modalidades, o pó de polímero redispersável em água pode ser usado em sistemas de isolamento térmico externos ETICS, particularmente como um adesivo sobre a camada de papelão termicamente isolante para reduzir a absorção da água e melhorar a resistência ao impacto do sistema de isolamento térmico externo.

Além disso, o pó de polímero redispersável em água de acordo com a presente invenção pode ser usado em produtos feitos de papel, produtos de papelão, revestimento protetor do tapete, tintas ou revestimentos ou em aglutinantes para revestimentos de madeira, papel ou tecidos ou composições de impregnação, preferivelmente na ausência de uma quantidade substancial de um agente aglutinante hidráulico inorgânico, mais preferivelmente na ausência de qualquer quantidade de um agente aglutinante hidráulico inorgânico. Por exemplo, o pó de polímero redispersável em água pode ser usado como o único aglutinante em composições de revestimento e adesivos.

Os exemplos a seguir são fornecidos para propósitos ilustrativos somente e não são intencionados para limitar o escopo das reivindicações que se seguem. A menos que de outra forma indicado, todas partes e percentagens são em peso, todas temperaturas são em °C, e todas pressões são em bars ou atmosférica a menos que de outra forma indicado ao contrário.

EXEMPLO 1

Um pó de polímero redispersável foi produzido misturando a) um látex de estireno-butadieno (SB) carboxilado formador de película insolúvel em água o qual tem um teor de comonômero de 63,5 partes de estireno, 28,75 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 1,75 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 1,75% em peso de ácido itacônico, baseado no peso de comonômero total), com um tamanho de partícula de 2490 Å, e um Tg de menos que 25°C, e b) 10% em peso de MOWIOL 4-88, com base no peso do polímero de látex. O MOWIOL 4-88 é um PVOH (polivinilálcool) parcialmente hidrolisado na forma granular, e está disponível de Kuraray Europe GmbH, Division PVA/PVB D-65926 Frankfurt am Main, Alemanha. O MOWIOL 4-88 tem uma viscosidade DIN 53015 de $4 \pm 0,5$ mPa-s (4% de solução aquosa a 20°C), um grau de hidrólise (saponificação) de $87,7 \pm 1,0\%$ mol, um valor de éster DIN 53401 de 140 ± 10 mg KOH/g, um teor de acetila residual de $10,8 \pm 0,8\%$ peso/peso, e um teor de cinzas máximo de 0,5% (calculado como Na₂O). A mistura tem um teor de sólidos total de 35% em peso, com base no peso total da mistura.

A mistura foi bombeada para um atomizador com dois bocais de fluido equipado sobre um secador por pulverização Mobile Minor. A pressão do ar para o bocal foi fixada em 1 bar com 50% de fluxo o qual é equivalente a 6 kg/h de fluxo de ar. A secagem por pulverização foi conduzida em um ambiente de N₂ com uma temperatura de entrada fixada a 140°C, e a temperatura de saída foi ajustada para $50^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ajustando a

vazão da mistura. Concorrentemente, o pó de caulim (KaMin HG 90) foi adicionada na câmara para secagem por pulverização como um agente anti-torta, com a quantidade sendo controlada para ser 10% em peso dos pós secos.

5 O pó de polímero redispersável obtido pela secagem por pulverização tinha um tamanho de partícula médio entre 10 a 20 μm . O pó seco por pulverização foi disperso em água deionizada (DI) em um nível de sólidos de 1% em peso, e turbilhonado por 30 segundos duas vezes. A redispersão foi então medida usando um analisador de granulometria por difração a laser Coulter S 230. Figura 1 mostra os dados de distribuição da granulometria da redispersão, o que indica que o pó de polímero redispersável foi facilmente disperso para a distribuição do tamanho de partícula do látex SB original.

EXEMPLO 2

15 Um pó de polímero redispersável foi produzido como no Exemple 1 exceto que a) um látex de estireno-butadieno (SB) carboxilado formador de película insolúvel em água foi usado que tem um teor de comonomero de 62,5 partes de estireno, 29 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 2,5 partes de ácido itacônico (uma carboxilação de 2,5% em peso de ácido itacônico, com base no peso do comonomero total) com um tamanho de partícula de 2660Å, e b) 10% em peso de MOWIOL 4-88, com base no peso do polímero de látex. A mistura tinha um teor de sólidos total de 35% em peso, com base no peso total da mistura.

25 O pó de polímero redispersável obtido por secagem por pulverização tinha um tamanho médio de partícula entre 10 a 20 μm . A secagem por pulverização foi dispersada na água deionizada (DI) a um nível de sólidos de 1% em peso, e turbilhonada por 30 segundos duas vezes. A redispersão foi então medida usando um analisador de granulometria por difração a laser Coulter S 230. A Figura 2 mostra os dados de distribuição do

tamanho de partícula da redispersão, que indica que o pó de polímero redispersável foi facilmente disperso para a distribuição do tamanho de partícula do látex SB original.

EXEMPLO COMPARATIVO A

5 Um pó de polímero redispersável pode ser produzido como no Exemple 1 exceto que o pó de polímero redispersável pode ser produzido usando: a) um látex de estireno-butadieno (SB) carboxilado formador de película insolúvel em água que tem um teor de comonomero de 62 partes de estireno, 35 partes de butadieno, e 3 partes de ácido itacônico (uma
10 carboxilação de 3% em peso de ácido itacônico), com base no peso do comonomero total) com um tamanho de partícula de 1500Å, e um T_g de 8°C, e b) 10% em peso de MOWIOL 4-88 com base no peso do polímero de látex. A mistura tinha um teor de sólidos total de 35% em peso, com base no peso total da mistura. O pó de polímero redispersável obtido por secagem por
15 pulverização tinha um tamanho médio de partícula entre 10 a 20µm. A secagem por pulverização foi dispersada na água deionizada (DI) a um nível de sólidos de 1% em peso, e turbilhonada por 30 segundos duas vezes. A redispersão foi então medida usando um analisador de granulometria por difração a laser Coulter S 230. A Figura 3 mostra os dados de distribuição do
20 tamanho de partícula da redispersão, que indica que o pó de polímero redispersável foi facilmente disperso para a distribuição do tamanho de partícula do látex SB original.

EXEMPLO COMPARATIVO B

25 O pó de polímero redispersável B comparativo é DLP2000, um pó de polímero redispersável comercial produzido pela The Dow Chemical Company, Midland, Michigan. DLP 2000 é baseado em um copolímero de acetato de vinila/etileno. É um pó redispersável de múltiplos propósitos, que é de dureza média com um teor de cinza de 1014% em peso, uma densidade de 0,375 g/ml a 0,525 g/ml, e um teor de umidade de mesmo

que 2% em peso.

EXEMPLO 3

Comparação da viscosidade para misturas de látex de estireno-butadieno e um estabilizador coloidal (antes da secagem por pulverização)

A viscosidade Brookfields de uma mistura de 150g de látex de estireno e butadieno (SB) do Exemplo 1 (que tem um teor de comonômero de 63,5 partes de estireno, 28,75 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 1,75 partes de ácido itacônico e um tamanho de partícula de 2490Å com um teor de sólidos de 50% em peso, e 50g do estabilizador coloidal PVOH MOWIOL 4-88, com um teor de sólidos de 15% em peso, foi medido usando um viscosímetro de Brookfields Modelo LVTDV-II sob as condições de 60 rpm, haste LV 4, e 25°C. a viscosidade lida foi de 408 cps.

A viscosidade Brookfield de uma mistura de 150g de látex de estireno e butadieno do Exemplo 2 (que tem teor de comonômero de 62,5 partes de estireno, 29 partes de butadieno, 6 partes de acrilonitrila, e 2,5 partes de ácido itacônico e um tamanho de partícula de 2660Å com um teor de sólidos de 50% em peso, e 50g de estabilizador coloidal PVOH MOWIOL 4-88, com um teor de sólidos de 15% em peso, foi medido usando um viscosímetro de Brookfield Modelo LVTDV-II sob as condições de 60 rpm, haste LV 4, e 25°C. a viscosidade lida foi de 579 cps.

A viscosidade Brookfield de uma mistura de 150g de látex de estireno e butadieno (SB) do Exemplo Comparativo A (que tem um teor de comonômero de 62 partes de estireno, 35 partes de butadieno, e 3 partes de ácido itacônico e um tamanho de partícula de 1500Å com um teor de sólidos de 50% em peso, e 50g do estabilizador coloidal PVOH MOWIOL 4-88, com um teor de sólidos de 15% em peso, foi medido usando um viscosímetro de Brookfield Modelo LVTDV-II sob as condições de 60 rpm, haste LV 4, e 25°C. a viscosidade lida foi de 3252 cps.

A Tabela abaixo mostra que a um teor de sólidos de 41% em peso, a viscosidade da composição de látex compreendida de uma baixa carboxilação, um polímero de tamanho de partícula grande como nos Exemplos 1 e 2 foi significativamente menos quando comparada com a viscosidade da composição de látex compreendida de uma carboxilação relativamente maior, polímero de tamanho de partícula menor como no Exemplo Comparativo A, que indica mais dificuldade na secagem por pulverização do último. A Tabela 1 abaixo mostra quando formulado para teor de sólidos totais (látex de polímero com 10% de estabilizador coloidal PVOH em peso com base no teor de polímero formador de película insolúvel em água) de 45%, a baixa carboxilação, polímero de látex de tamanho de partícula grande como no Exemplo 2 reteve uma viscosidade baixa quando comparado com a viscosidade da composição de látex compreendida de uma carboxilação relativamente maior, látex de polímero de tamanho de partícula menor formulado a sólidos totais de 41% como no Exemplo Comparativo A. Isto indica maior produtividade na secagem por pulverização para o RDP do SB inventivo.

Tabela 1: Medidas de Viscosidade para Misturas de Látices de Estireno e Butadieno e um Estabilizador Coloidal

Látex de estireno e butadieno	Tamanho de partícula (Å) de polímero de látex	Carboxilação (% em peso)	PVOH % em peso	Teor de sólidos (% em peso)	Viscosidade cps
Exemplo 1	2490	1,75	10	41	408
Exemplo 2	2660	2,5	10	41	579
Exemplo 2	2660	2,5	10	45	2552
Exemplo Comparativo A	1500	3,0	10	41	3252

As distribuições de tamanho de partícula na redispersão mostrada nas Figs. 1, 2, 3 mostram que a redispersabilidade dos pós de polímero redispersáveis da presente invenção que é compreendida de uma baixa carboxilação, polímero de tamanho de partícula grande (Exemplo 1 e Figura 1, e Exemplo 2 e Figura 2) é tão bom quanto à redispersabilidade do pó de polímero redispersável comparativo que é compreendido de uma

carboxilação relativamente alta, polímero de tamanho de partícula menor (Exemplo Comparativo A e Figura 3).

A realização de viscosidade menor para misturas de látices de estireno e butadieno e um estilizador coloidal onde o copolímero de látex tem um tamanho de partícula grande e baixa porcentagem de carboxilação de acordo com a presente invenção possibilita o uso de composições de teor de sólidos maior para secagem por pulverização e equipamento de baixa pressão para produção mais eficaz de pós de polímero redispersáveis enquanto realiza excelente redispersabilidade dos pós de polímero redispersáveis.

EXEMPLO 4

Os componentes e suas quantidades relativas (5% em peso ou partes em peso, pbw) que podem ser usados para preparar composições de argamassa com base em cimento usando as composições de pó redispersáveis dos Exemplos 1 e 2, e Exemplos Comparativos A e B são mostrados na Tabela 2, abaixo. As diferentes composições de argamassa com base em cimento podem ser preparadas por mistura a seco de componentes sólidos indicados na Tabela 1 e depois adicionar água. Várias propriedades das composições de argamassa com base em cimento e seus desempenhos podem ser testados e os resultados são mostrados na Figura 4 e Tabela 3, abaixo.

Comparação da Calorimetria e Tempo de Pega

Métodos de Teste

Preparação de Mistura Seca: O cimento, areia, polímero e espessador são pesados e colocados num saco plástico que é depois misturado por 2 minutos e condicionados por 24 h.

Viscosidade: Viscosidades são medidas com um viscosímetro Sincoelétrico Brookfield (Modelo RVT) em combinação com um Helipath Brookfield a 25°C. A argamassa é cheia em um copo de densidade e a haste (T-F) é posicionada tal que ela quase toca a superfícies da argamassa. A haste do viscosímetro gira por 2 minutos com 5 rpm. Durante a rotação o

viscosímetro é movido para cima e para baixo de modo que a haste rotativa descreve um caminho helicoidal através da amostra. A primeira medida não é tomada até que a haste esteja totalmente submersa após uma rotação completa. Quatro leituras foram medidas quando o viscosímetro se move em cada direção, a média da qual é relatada.

Densidade: Argamassas são colocadas em um recipiente de volume conhecido, tampada, e depois pesada.

Tempo de pega: Tempo de pega foi medido de acordo com ASTM C191. A argamassa é colocada dentro de moldes circulares de tempo de pega que são depois cobertos com uma camada de plástico mantido no local por uma tira de borracha. São então colocados em posição sobre as agulhas Vicat. O tempo de pega inicial e o tempo de pega final são medidos de acordo com a distância com que as agulhas conseguem penetrar na argamassa.

Características de fluxo de calor: Características de fluxo de calor foram determinadas com um calorímetro de isoterma (condição de calor) (TAM AIR) na qual a taxa de produção de calor em pequenas amostras a temperatura constante é continuamente medida. O TAM AIR é um calorímetro micro de oito canais da TA Instruments com uma temperatura de operação na faixa de 5-90°C. Todos os canais calorimétricos são do tipo gêmeos, que consiste de uma amostra e um vaso de referência, cada com um volume de 20ml. O termostato usa ar circulante e um sistema de regulação avançado para manter a temperatura muito estável (dentro de $\pm 0,02\text{K}$). Cerca de 3g de argamassas frescas enchidas no vaso e forma medidas a 20°C e 10°C por cerca de 48 horas.

Tabela 2: Formulações de argamassa com base em cimento

Matéria Prima	Fórmula (% em peso)			
	Ex. 1	Ex. 2	Comp. A	Comp. B
Cimento Portland Tipo 1	35	35	35	35
Areia F-80, Areia de Silica	61,96	61,96	61,96	61,96
Formiato de cálcio	0,7	0,7	0,7	0,7
Pó de polímero redispersável do Exemplo 1	2	-	-	-
Pó de polímero redispersável do Exemplo 2	-	2	-	-

Matéria Prima	Fórmula (% em peso)			
	Ex. 1	Ex. 2	Comp. A	Comp. B
Pó de polímero redispersável do Exemplo Comparativo A	-	-	2	-
Pó de polímero redispersável do Exemplo Comparativo B	-	-	-	2
Espessador WALOCWOL MW 40000 PFV, hidroxietil metil celulose	0,34	0,34	0,34	0,34
Total, % em peso	100	100	100	100
Relação água:pó em peso	0,230	0,230	0,230	0,230

A Figura 4 mostra resultados da calorimetria que ilustram as características do fluxo de calor surpreendentemente melhor do Pó de Polímero Redispersável (RDP) do Exemplo 1 com relação ao RDP do Exemplo 2 e RDPs dos Exemplos Comparativos A e B. o início do pico e a altura do pico do RPD do Exemplo 1 é melhor que qualquer dos outros RDPs. Isto é consistente com o tempo de pega mostrado na Tabela 3, abaixo, que mostra várias propriedades das composições de argamassa com base em cimento.

Além disso, como mostrado na Tabela 3, abaixo, uma argamassa formulada com o RDP do Exemplo 1 exibe uma razão significativamente baixa de formação de viscosidade com relação ao RDP do Exemplo Comparativo A, que é vantajoso para trabalhabilidade ou facilidade de aplicação por colher durante a aplicação.

Tabela 3: Resultados do Teste de Formulação de Argamassa com base em Cimento

Matéria Prima	Fórmula			
	Ex. 1	Ex. 2	Comp. A	Comp. B
Densidade (g/ml)	1,62	1,58	1,59	1,60
Tempo de pega, Inicial (minutos)	678	707	712	721
Tempo de pega, Final (minutos)	750	773	772	787
Viscosidade Brookfield 5RPM (cps)	476250	478808	481250	428750
Viscosidade Brookfield aumenta após 5 minutos (%)	1	3	18	0

REIVINDICAÇÕES

1. Pó de polímero redispersável em água (RDP) caracterizado pelo fato de compreender uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizador coloidal, dito polímero formador de película compreendendo um copolímero de estireno-butadieno ou o produto de copolimerização de estireno, butadieno e um ou mais outro monômero e tendo uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 30°C, um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 5.000Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou misturas dos mesmos, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água, em que a quantidade de carboxilação no RDP varia de 0,1 % em peso até 2,75% em peso, com base no peso total do RDP.

2. Pó de polímero redispersável em água de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero formador de película insolúvel em água tem um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 3.900Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,5% em peso a 2,5% em peso, e uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 28°C, e o ácido dicarboxílico insaturado é o ácido itacônico e/ou ácido maleico.

3. Pó de polímero redispersável em água de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero formador de película insolúvel em água é um copolímero que compreende os monômeros de estireno, butadieno, ácido itcônico, e acrilonitrila.

4. Pó de polímero redispersável em água de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o estabilizador coloidal compreende um álcool polivinílico numa quantidade de pelo menos 1% e até 30% em peso com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água.

5. Pó de polímero redispersável em água de acordo com a

reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero formador de película insolúvel em água tem um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 3.500Å, e uma quantidade de carboxilação de 1% em peso a 2% em peso, e uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 25°C, o ácido dicarboxílico insaturado é o ácido itacônico e/ou ácido maleico, e o estabilizador coloidal compreende um álcool polivinílico numa quantidade de pelo menos 1% em peso, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água.

6. Método para produzir um pó de polímero redispersável em água, caracterizado pelo fato de que compreende secar uma mistura aquosa de um polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizador coloidal para obter um pó de polímero redispersável em água, em que o polímero formador de película compreende um copolímero de estireno-butadieno ou um estireno butadieno copolimerizado com outro copolímero e tem uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 30°C, um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 5.000Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou misturas dos mesmos, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água.

7. Método para produzir um pó de polímero redispersável em água de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que polímero formador de película insolúvel em água tem um tamanho de partícula médio de 2.100Å a 3.900Å, uma quantidade de carboxilação de 0,5% em peso a 2,5% em peso, e uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 28°C, e o ácido dicarboxílico insaturado é o ácido itacônico e/ou ácido maleico.

8. Método para produzir um pó de polímero redispersável em água de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que polímero formador de película insolúvel em água é um copolímero que

compreende os monômeros de estireno, butadieno, ácido itcônico, e acrilonitrila, e em que o estabilizador coloidal compreende um álcool polivinílico numa quantidade de pelo menos 1% em peso, com base no peso do polímero formador de película insolúvel em água.

5 9. Método para fabricar uma composição de cimento, caracterizado pelo fato de que compreende misturar ingredientes do cimento com um pó de polímero redispersável em água como definido na reivindicação 1.

10 10. Composição cerâmica, caracterizada pelo fato de que compreende um ou mais ingredientes formador(es) de cerâmica e um ou mais pó(s) de polímero redispersável em água que compreende uma mistura co-seca de um polímero formador de película insolúvel em água e um estabilizador coloidal, o polímero formador de película compreendendo um copolímero de estireno-butadieno ou um estireno butadieno copolimerizado
15 com outro copolímero e tendo uma temperatura de transição vítrea (T_g) de menos de 110°C, um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 5.000Å, e uma quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso de pelo menos um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou misturas dos mesmos, com base no peso do polímero formador de película
20 insolúvel em água.

FIG. 1

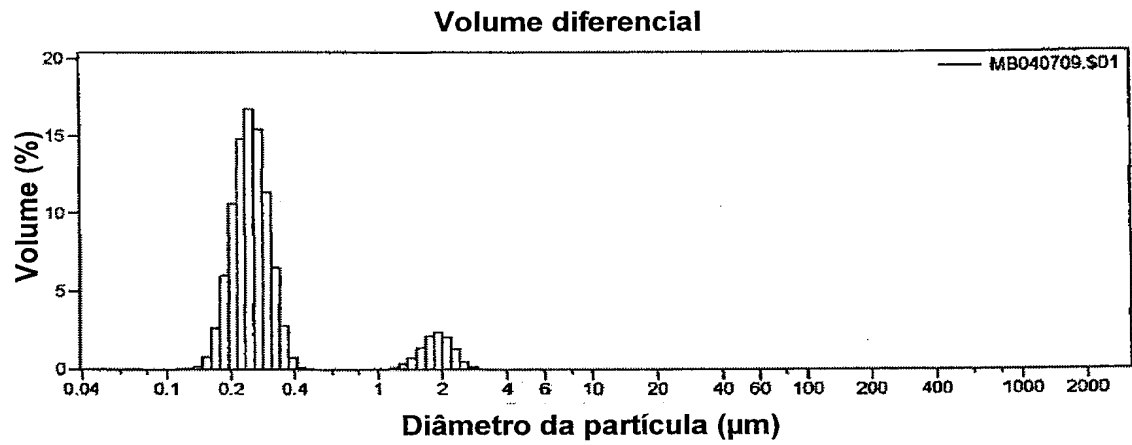


FIG. 2

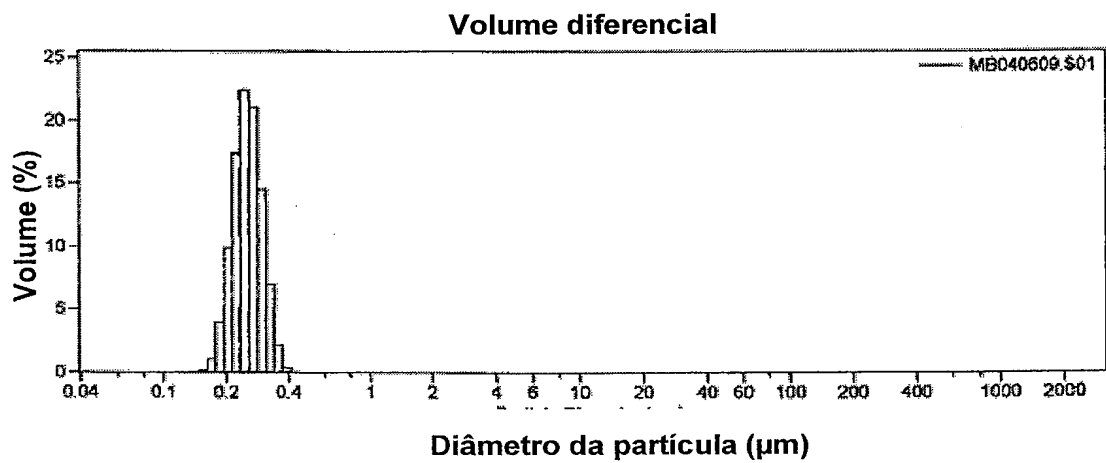


FIG. 3

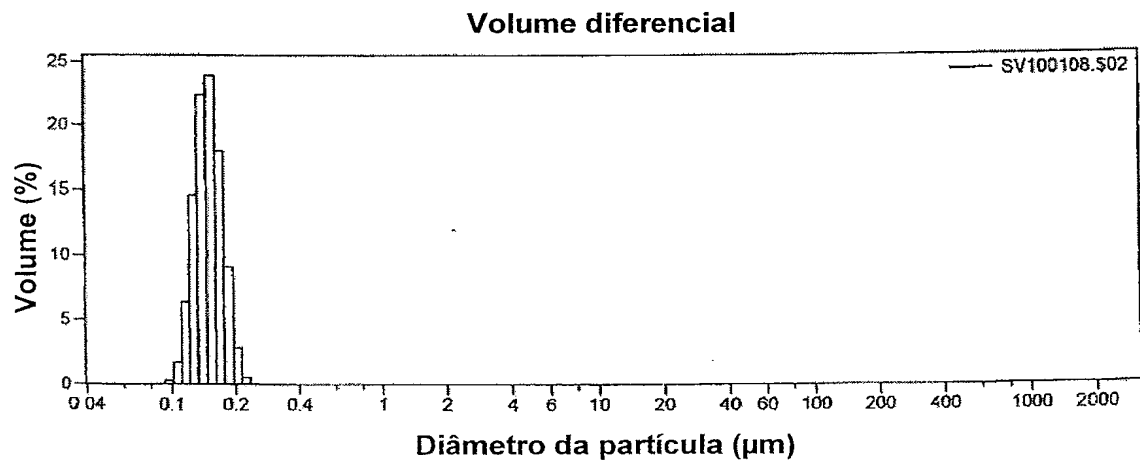
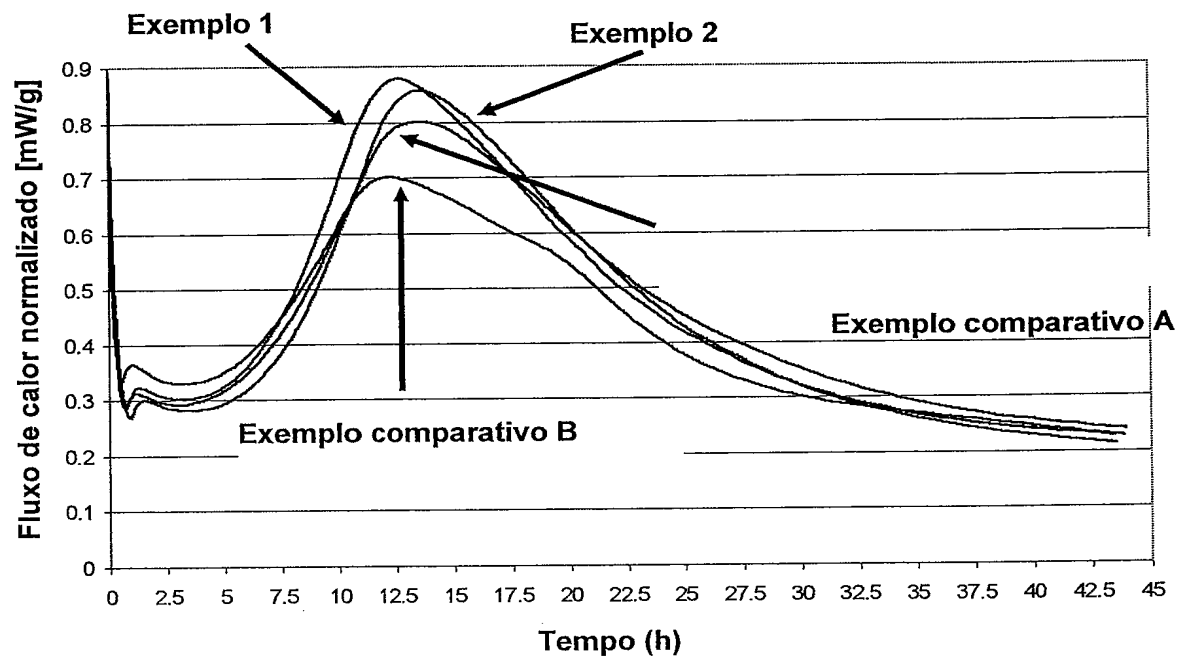


FIG.4



RESUMO

“PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, MÉTODO PARA
PRODUZIR UM PÓ DE POLÍMERO REDISPERSÁVEL EM ÁGUA, E
PARA FABRICAR UMA COMPOSIÇÃO DE CIMENTO, E,
5 COMPOSIÇÃO CERÂMICA”

Um pó de polímero redispersável em água é produzido pela
secagem de uma mistura aquosa de um látex ou emulsão de um polímero
formador de película insolúvel em água de tamanho de partícula médio
grande, baixa T_g , baixa carboxilação e um estabilizador de colóide. Polímero
10 de látex pode ter um tamanho de partícula médio de 2.000Å a 5.000Å, e uma
quantidade de carboxilação de 0,1% em peso a 2,75% em peso de pelo menos
um ácido dicarboxílico etilenicamente insaturado, sais dos mesmos, ou
misturas dos mesmos, com base no peso do polímero. Dispersões contendo o
polímero e um álcool polivinílico com um estabilizador coloidal exibem uma
15 baixa viscosidade não esperada que facilita a secagem por pulverização e
permite o uso de dispersões de alto teor de sólidos com secagem por
pulverização a baixa pressão para aumentar a eficiência de produção.
Composições de cimento tais como argamassas, que contém o pó de polímero
redispersável exibem taxas menores não esperadas de formação de
20 viscosidade para melhor trabalhabilidade ou aplicação por colher, tempos de
pega mais rápidos, e características superiores do fluxo de calor.