

Estudo do uso de factices em *hot melt* PSA

SPERB, Juliana¹; JAHNO, Vanusca Dalosto²

RESUMO

Este estudo avaliou a viabilidade do uso de quatro factices, P-20, P-20R, P-30 e P-2000, em formulação de adesivos do tipo *hot melt*. Os testes iniciais de miscibilidade em óleo mineral naftênico indicaram que apenas o Factis P-20R se apresentou como material potencial para uso em adesivos *hot melt* sensíveis à pressão (HMPSA). Na segunda etapa, foram preparadas uma formulação-padrão de HMPSA aplicado à indústria de colchões e outras duas amostras baseadas em 100 g dessa formulação-padrão, adicionando 1 e 3 g de Factis P-20R, identificadas como FAC1 e FAC3. Essas três formulações foram avaliadas em relação a suas propriedades físicas de cor, odor, viscosidade, ponto de amolecimento e também em relação às propriedades de colagem: *Peel Test 180 °*, *Holding Power*, *SAFT* e *Loop Tack*. Verificou-se que, em relação às propriedades de colagem, as amostras FAC1 e FAC3 variaram pouco em relação ao padrão. Já em relação às propriedades físicas, viscosidade e ponto de amolecimento se apresentaram de acordo com as especificações do produto, porém o odor e a coloração das amostras FAC1 e FAC3 variaram muito em relação ao padrão, impossibilitando o uso do Factis P-20R no mercado de colchões, mas ainda sendo viável sua aplicação em outros mercados.

Palavras-chave: Adesivo. Colchões. *Hot melt* PSA. Factis.

ABSTRACT

This study evaluated the feasibility of using four factices, P-20, P-20R, P-30 and P-2000, in a formulation of hot melt adhesives. The initial tests of miscibility in naphthenic mineral oil indicated that only the Factis P-20R had presented proper behavior to be evaluated as a potential material for use in hot melt pressure sensitive adhesive (HMPSA). In the second step were prepared: a standard HMPSA formulation already marketed in the mattress industry and other two samples based on 100 g of the standard formulation, adding 1 g and 3 g of Factis P-20R, identified as FAC1 and FAC3, respectively. These three formulations were evaluated in relation to their physical properties: color, odor, viscosity, softening point and also in relation to the bonding properties: 180 ° Peel Test, Holding Power, SAFT and Loop Tack. It was found that, as regards the bonding properties sample FAC1 and FAC3 had little variation from the standard. In relation to the physical properties, viscosity and softening point presented in accordance with the specifications of the original product, but odor and color of samples FAC1 and FAC3 varied greatly over the standard, precluding the use of Factis P-20 R in mattresses market, but still having viable application in other markets.

Keywords: Adhesives. Mattresses. Hot melt PSA. Factis.

¹ Mestre em Tecnologia de Materiais e Processos Industriais / Universidade Feevale (2012). Atua como Líder Técnica de Adesivos na empresa Killing S.A. Tintas e Adesivos.

² Doutora em Medicina e Ciências da Saúde / PUCRS (2009). Pesquisadora e Professora / Universidade Feevale. Atua no Mestrado em Tecnologia de Materiais e Processos Industriais e no Mestrado em Qualidade Ambiental.

1 INTRODUÇÃO

Nas indústrias que utilizam processos de colagem, é cada vez mais frequente o uso da tecnologia de adesivos termofusíveis, também denominados adesivos *hot melt* (HMA). De uma forma geral, esses adesivos se apresentam na forma sólida e são aquecidos no momento de uso, para que se tornem líquidos e possam ser aplicados sobre as peças que se deseja colar. Os adesivos *hot melt* que apresentam *tack* (pega) permanente são denominados *hot melt pressure sensitive adhesive* (HMPSA), ou seja, adesivos sensíveis à pressão (VILJANMAA *et al.*, 2002; PETRIE, 2007).

Adesivos sensíveis à pressão, *pressure sensitive adhesives* (PSA), de acordo com o *Pressure Sensitive Tape Council* (PSTC), são uma categoria distinta de adesivos que apresentam na sua forma seca (filme livre de solvente ou água) forte e permanente *tack* a temperatura ambiente e que adere a diferentes tipos de superfície com o mero contato promovido pela simples pressão de um dedo ou mão. Diferenciam-se dos adesivos de contato, pois podem ser usados sendo aplicados em apenas um dos substratos, nos dois substratos ou ainda em um suporte, como é o caso de fitas adesivas (PETRIE, 2007).

Originalmente, esses adesivos eram fabricados em solução, através do uso de solventes. Nos anos 70, em função do aumento do custo dos solventes e do início das restrições regulatórias relacionadas ao uso de solventes, a indústria migrou para PSAs base água (emulsão) e para 100% sólidos, denominados *Hot melt PSA* (HMPSA) (SKEIST, 1989).

Os HMPSAs apresentam um amplo mercado de aplicação, como em fitas adesivas (para fechamento de embalagens, curativos, materiais de escritório), etiquetas e rótulos (permanentes, removíveis, com resistência a baixas temperaturas) (SKEIST, 1989), no mercado calçadista (colagem de palmilhas, dublagem de forros, preparação de cortes) (COELHO, 2000) e no mercado de estofados e colchões (para colagem de espumas).

Já os factices são produtos da vulcanização de óleos vegetais insaturados, virgens ou provenientes de frituras, especialmente tratados, que podem ser usados em formulações de borrachas, numa ampla gama de artefatos, tais como: borrachas de apagar, fios, cabos, mangueiras, luvas, guarnições, vedações, etc. (PROGOMME 20--; SCHMITT *et al.*, 2006). São obtidos através de reação de cadeias de ácidos graxos com cloreto de enxofre, que geram o Factis

Branco e de reações com enxofre, que geram o Factis Amarelo e o Factis Marrom (GARBIN, 1999; EHRAN; KLEINMAN, 1993).

No mercado, em geral, a qualidade dos factices é avaliada através das propriedades físicas: cor, enxofre livre, dureza e extrato cetônico. A coloração final, como já exposto anteriormente, está relacionada com o tipo de composto a que o óleo reage. O teor de enxofre livre representa a quantidade de enxofre livre ou fracamente ligada à estrutura. Um factis de boa qualidade não deve conter mais que 2% de enxofre livre. O extrato cetônico representa o teor de óleo insaponificável, enxofre livre e óleos glicéridos parcialmente sulfurizados. O teor desse extrato não implica diretamente a qualidade do factis, mas sim uma forma de classificação. Teores inferiores a 20% são denominados de primeira classe; entre 20 a 35%, médios, e superiores a 35% como de grau comercial (KLEINMAN, 1990).

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a possibilidade de uso de quatro diferentes tipos de factices em uma formulação de *HMPSA* para o mercado de colchões.

2 METODOLOGIA

A parte experimental deste trabalho foi dividida em duas etapas. Na primeira, foi avaliado o comportamento de fusão / miscibilidade dos quatro factices, Factis P-20, Factis P-20R, Factis P-30 e Factis P-2000 em óleo mineral naftênico quente. Essa etapa tinha como objetivo servir de teste preliminar para verificar quais factices apresentam comportamento adequado para serem avaliados na etapa seguinte.

A segunda etapa consistiu na preparação das amostras de adesivo, baseadas em uma formulação-padrão de *HMPSA* para o mercado de colchões, contendo as referências de factices que apresentaram resultados favoráveis na primeira etapa e a caracterização dessas amostras de adesivo através de suas propriedades físicas, determinadas através de ponto de amolecimento e viscosidade Brookfield, e suas propriedades relativas à colagem caracterizadas por: *Loop Tack*, *Peel Test 180°*, *Holding Power* e *Shear Adhesive Failure Test (SAFT)*.

2.1 MATERIAIS

Os factices utilizados neste trabalho foram fornecidos pela empresa Progomme Indústria e Comércio LTDA. As propriedades dos quatro factices avaliados são apresentadas no Quadro 1.

Referência	Aparência	Extrato Cetônico (%)	Cinzas (%)	Enxofre Livre (%)
P-20	Pó moído amarelo	22 ± 4	Máx. 2	Máx. 1
P-20 R	Pó moído ocre	24 ± 4	Máx. 3	1,5 ± 0,5
P-30	Pó moído amarelo	30 ± 2	Máx. 2	Máx. 1
P-2000	Pó moído branco a marfim	24 ± 2	0	0

Quadro 1 - Propriedades dos Factices
Fonte: Adaptado de Progomme (20--)

As demais matérias-primas usadas como formulação base de *HMPSA* trata-se de dois tipos de borrachas termoplásticas do tipo SIS, resina de breu WW, resina terpeno-fenólica, óleo mineral naftênico, antioxidante primário fenólico e antioxidante secundário à base de fosfito, comumente usados em formulações desse tipo de adesivo.

2.2 MÉTODOS

2.2.1 Primeira etapa – avaliação preliminar em óleo

Para a realização da primeira etapa, foram pesados, em recipientes metálicos de aproximadamente 200 mL, 15 g de óleo mineral naftênico e 5 g da matéria-prima em avaliação (Factis P-20, Factis P-20R, Factis P-30 ou Factis P-2000).

Aqueceram-se as misturas em banho seco de aquecimento, referência Oxy 213-1, fornecido pela empresa Oxylab, entre 150 – 170 °C, com agitação esporádica. Após 15 minutos de aquecimento, foi verificado se a mistura havia se tornado homogênea ou se a matéria-prima em avaliação ainda se apresentava insolúvel no óleo.

2.2.2 Segunda etapa – preparação e caracterização das amostras de adesivo

Na segunda etapa, para a preparação das formulações, foram pesados, em recipientes metálicos de aproximadamente 200 mL, o óleo mineral naftênico, mistura de antioxidantes (primário e secundário) e a quantidade do factis em avaliação, menos para a preparação do padrão (branco) (Quadro 2).

Matérias-Primas	PADRÃO	FAC1 1 parte de factis	FAC3 3 partes de factis
Óleo Mineral	14,9	14,92	14,92
Antioxidantes	0,50	0,50	0,50
Factis em avaliação	0	1,00	3,00
Blenda SIS	29,85	29,85	29,85
Breu WW	49,75	49,75	49,75
Terpeno-fenólica	4,98	4,98	4,98
TOTAL	100,00	101,00	103,00

Quadro 2 - Formulações de *hot melt* PSA

Essa mistura foi aquecida em banho de aquecimento, entre 150 – 170° C, por 10 minutos, com agitação esporádica. Após esse período, com a manutenção do aquecimento a 150°C, foi adicionada a blenda de dois tipos de SIS e aguardaram-se 30 minutos até completa homogeneização, agitando-se esporadicamente. Ao final, adicionou-se lentamente a resina de breu e a resina terpeno-fenólica. Aguardaram-se mais 15 minutos até completa homogeneização, agitando-se esporadicamente. A adição lenta das resinas é importante para que não ocorra uma queda brusca de viscosidade do adesivo.

Depois de concluídas as misturas, os experimentos foram transferidos para pequenas formas de silicone.

Os experimentos foram preparados em duas vias para dispor de quantidade de material suficiente para a realização dos testes. A duas vias foram avaliadas por ponto de amolecimento e viscosidade Brookfield, como forma de verificar a reprodutibilidade.

2.2.2.1 Ponto de Amolecimento Método Anel-esfera

O ensaio foi realizado com base na norma ABNT NBR 9424:2008 - Adesivos de fusão - Determinação do ponto de amolecimento - Método do anel e da esfera. Cada experimento foi fundido a 160 °C e conformado em anéis metálicos com circunferência-padrão. Após resfriarem até a temperatura ambiente, foi colocada uma esfera, de tamanho e massa controlados, sobre a amostra, no centro do anel.

O conjunto amostra, anel e esfera foi colocado em banho de glicerina com rampa de aquecimento de 5 °C/minuto. Assim que a esfera ultrapassou a camada de amostra, a temperatura foi registrada e o resultado foi expresso em °C.

2.2.2.2 Viscosidade Brookfield para Adesivos de Fusão

O ensaio foi baseado na norma ABNT NBR 9393:2008 - Adesivos de fusão - Determinação da viscosidade - Método do viscosímetro Brookfield. Dez gramas de cada experimento foram aquecidos a 160 °C em forno *Thermosel*. A viscosidade foi determinada em viscosímetro rotacional modelo RVT – DV-II+, da marca Brookfield, com uso de *spindle* 29 a 10 RPM. Resultado expresso em cP.

2.2.2.3 Loop Tack

O ensaio foi baseado na norma ASTM D-6195-03 – Método A. Os experimentos foram dissolvidos em tolueno, resultando em uma solução com 37% de sólidos, e aplicados sobre filme de poliéster transparente de 36 µm com auxílio de extensor gerando uma camada de 22 +/- 2 g/m².

Após a secagem de 24 horas do adesivo, o filme de poliéster foi cortado em tiras com 25 mm de largura e posicionado no equipamento específico para realização do teste. Os resultados são expressos em N/25 mm.

2.2.2.4 Peel Test 180 °

Teste realizado com a mesma solução preparada para o teste de *Loop Tack* e aplicação sobre filme de poliéster com a mesma gramatura de filme. O ensaio foi realizado com base na norma ASTM D-3330-04.

Após secagem de 24 horas do adesivo, o filme de poliéster foi cortado em tiras com 25 mm de largura, realizou-se a colagem das fitas sobre chapas de inox e posicionaram-se os corpos-de-prova em equipamento específico para realização do teste. Os resultados expressos em N/25 mm.

2.2.2.5 Holding Power

Teste também realizado com a solução preparada para o teste de *Loop Tack* e aplicação sobre filme de poliéster com a mesma gramatura de filme. Ensaio realizado com base na norma ASTM D-3654-06 – Método A.

Após secagem de 24 horas do adesivo, o filme de poliéster foi cortado em tiras com 25 mm de largura, realizou-se a colagem das fitas sobre chapas de inox e posicionaram-se os corpos-de-prova em aparato específico para realização do teste, com suspensão de peso de 1 kg em cada corpo-de-prova. Os resultados são expressos em horas.

2.2.2.6 Shear Adhesion Failure Test (SAFT)

Esse teste também foi realizado com a solução preparada para o teste de *Loop Tack* e aplicação sobre filme de poliéster com a mesma gramatura de filme. Ensaio realizado com base na ASTM D-4498-07.

Após secagem de 24 horas do adesivo, o filme de poliéster foi cortado em tiras com 25 mm de largura, realizou-se a colagem das fitas sobre chapas de inox e posicionaram-se os corpos-de-prova em estufa específica para realização do teste, com suspensão de peso de 500 g em cada corpo-de-prova. Os resultados são expressos em °C.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 AVALIAÇÃO PRELIMINAR EM ÓLEO

No Quadro 3, encontram-se os resultados obtidos para cada um dos factices avaliados quanto à sua capacidade de fusão/miscibilidade, quando aquecidos em óleo mineral naftênico entre 150 – 170 °C.

Referência	Comportamento em óleo aquecido
P-20	Não funde e escurece a 150 °C
P-20 R	Miscível em óleo a 150 °C
P-30	Não funde e escurece a 150 °C
P-2000	Não funde e escurece a 150 °C

Quadro 3 - Comportamentos dos factices em óleo aquecido

O Factis P-20R ficou completamente miscível em óleo mineral, quando a mistura foi aquecida a 150 °C, alterando a cor inicial do óleo de amarelo para castanho escuro, enquanto, para os demais factices P-20, P-30 e P-2000, o aspecto obtido foi de escurecimento, sem ocorrer fusão ou solubilização.

Não foram encontrados dados referentes a propriedades físicas de temperatura de fusão, amolecimento ou solubilidade, na literatura do fornecedor dos factices, que pudessem explicar a diferença de comportamento da referência P-20R em relação às outras três. Em conversa com o responsável pelo desenvolvimento desses materiais na empresa Progomme, ele informou que o comportamento observado era o esperado, porém, em função de segredo industrial, não pode informar mais detalhes.

Em função dos resultados obtidos nessa avaliação preliminar, somente o Factis P-20R foi avaliado na segunda etapa.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE ADESIVO

Em relação às propriedades físicas, o adesivo-padrão, a amostra contendo uma parte de Factis P-20R (FAC1) e a amostra contendo três partes de factis P-20R (FAC3) apresentaram resultados de viscosidade Brookfield e de ponto de amolecimento dentro da faixa de especificação do produto original (Quadro 4), porém, em relação à coloração e ao odor, as amostras FAC1 e FAC3 apresentaram alteração em relação ao padrão. A variação da coloração pode ser observada na Figura 1.

Experimento	Cor / Odor	Média Viscosidade Brookfield (cP)	Desvio-Padrão	Média Ponto de Amolecimento (°C)	Desvio-Padrão
Padrão	Castanho / Característico de breu	4.333 ^a	680,7	69 ^b	2,1
FAC 1	Castanho Escuro / Enxofre	3.550	70,7	68	0,7
FAC 3	Castanho Escuro/ Enxofre	3.500	424,3	69	2,1

Quadro 4 - Propriedades físicas das amostras.

^a Conforme boletim técnico do adesivo-padrão, a viscosidade Brookfield é especificada entre 3.000 - 7.000 cP.

^b Conforme boletim técnico do adesivo-padrão, a temperatura de amolecimento é especificada entre 65 - 80°C.

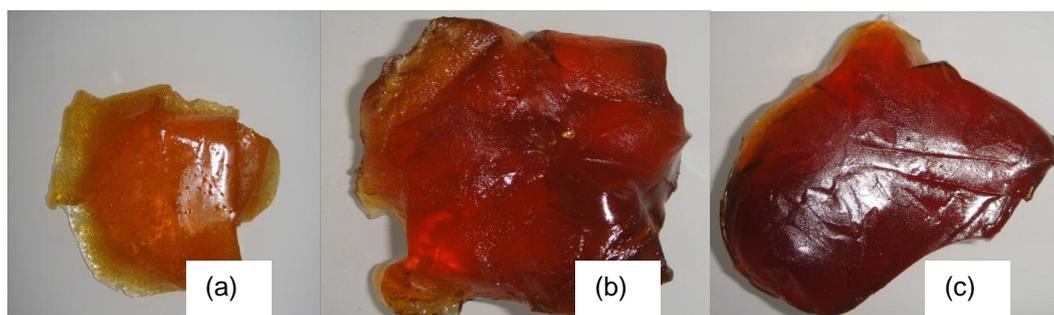


Figura 1 - Fotos das amostras. (a) Padrão, (b) FAC1 e (c) FAC3.

Os resultados de avaliação das propriedades de colagem, apresentados na Tabela 1, foram avaliados por ANOVA com nível de confiança de 95% e posterior aplicação de *post hoc*, com método de Tukey, para verificar a variação dos valores das amostras contendo Facticis P-20R em relação à formulação-padrão.

Tabela 1 - Dados de resistência de colagem e *tack* e identificação dos valores que variaram em relação ao padrão (em Amarelo), conforme teste de *post hoc* de Tukey.

Teste		Padrão	FAC1	FAC3
<i>Peel Test 180°</i> (N/25mm)	CP1	25,9	27,6	25,3
	CP2	28	26,9	26
	CP3	28,8	27,5	26,2
	Média	27,6	27,3	25,8
	Desvio-Padrão	1,2	0,3	0,4
<i>Loop Tack</i> (N/25mm)	CP1	18	15,9	14,3
	CP2	17,4	18,1	13,3
	CP3	17,7	16,3	13
	Média	17,7	16,8	13,5
	Desvio-Padrão	0,2	1,0	0,6
<i>Holding Power</i> (h)	CP1	55,2	30,1	64
	CP2	54,1	27,9	61,3
	CP3	52,3	28,3	60
	Média	53,9	28,8	61,8
	Desvio-Padrão	1,2	1,0	1,7
<i>SAFT</i> (°C)	CP1	52,5	52,2	51,3
	CP2	52,8	52,5	51,9
	CP3	53,1	52,3	51,6
	Média	52,8	52,3	51,6
	Desvio-Padrão	0,2	0,1	0,2

Considerando-se que os factices são baseados em óleos vegetais, esperava-se que as formulações que os contivessem apresentassem queda de força coesiva (redução do *Holding Power*), aumento de *tack* e redução de viscosidade, efeitos esses geralmente relacionados com óleos plastificantes, porém os resultados obtidos não comprovaram essa hipótese.

O experimento contendo uma parte de factis (FAC1) foi o que apresentou menor variação em relação ao padrão, variando apenas no teste de *Holding Power*.

O experimento FAC 3 apresentou redução de *tack* no teste de *Loop Tack* e aumento de resistência no teste de *Holding Power* em relação ao padrão. Acredita-se que tenha ocorrido algum erro de avaliação durante a execução do *Holding Power*, pois a tendência de valores verificada nos demais testes não justificam o resultado obtido.

A não variação no teste de *SAFT*, entre todos os experimentos, provavelmente está relacionada com a não variação do ponto de amolecimento, visto que ambas as avaliações são baseadas no aquecimento do adesivo e na sua submissão a um peso constante.

4 CONCLUSÃO

As avaliações realizadas mostram que os factices P-20, P-30 e P-2000 não são indicados para uso em formulação de adesivo *hot melt*, baseados em óleo mineral naftênico, pois, conforme observado na avaliação preliminar, não formam uma mistura homogênea com ele após aquecimento.

Já o Factis P-20R apresenta-se como material potencial para uso em formulações de *HMPSA* em pequenos teores, pois não alteram em grandes proporções as propriedades de colagem, porém, em função do forte odor de enxofre apresentado por esse material, o seu uso fica restrito a outros mercados, que não o de colchões, em que baixo odor é uma característica fundamental, em função do uso final do produto.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9424**: Adesivos de fusão - Determinação do ponto de amolecimento - Método do anel e da esfera. Rio de Janeiro, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9393**: Adesivos de fusão - Determinação da viscosidade – Método viscosímetro Brookfield. Rio de Janeiro, 2008.

ASTM INTERNATIONAL. **Annual Book of ASTM Standards**: Section 15 - General products, chemical specialties, and end use products. West Conshohocken: Astm International, 2010. 12 v.

COELHO, Luís José. **Adesivos para Calçados**: Produtos e Aplicações. Novo Hamburgo: Assintecal, [200-0]. 83 p.

ERHAN, Selim M.; KLEINMAN, Robert. Factice Form Oil Mixtures. **Journal Of The American Oils Chemists**, Peoria, v. 70, n. 3, p. 309-311, 1993.

GARBIN, Valdemir José. Plastificantes para Compostos de Borrachas. **Borracha Atual**, São Paulo, n. 23, p. 15-19, 1999.

KLEINMAN, Robert. **Meadowfoam Oil Factice and its Performance in Natural Rubber Mixes**. 1990. Disponível em: <[http://www.thefreelibrary.com/_/print/Print Article.aspx?id=9083600](http://www.thefreelibrary.com/_/print/Print+Article.aspx?id=9083600)>. Acesso em: 15 abr. 2012.

PETRIE, Edward M. **Handbook of Adhesives and Sealants**. 2. ed. Nova Iorque: Mcgraw-hill, 2007. 1048 p.

PRESSURE SENSITIVE TAPE COUNCIL - PSTC. **Glossary**. Disponível em: <<http://www.pstc.org/i4a/pages/index.cfm?pageID=3336>>. Acesso em: 28 mar. 2012.

PROGOMME INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA. **FACTIS**: Produtos Vulcanizados de Óleos Vegetais Seleccionados e Especialmente Tratados. Triunfo, [20--]. 3 p.

SCHMITT, M. A. et al. Reaproveitamento de óleo/gordura de fritura na fabricação de factis para utilização em indústria de borracha. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 17, 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** [s.l.]: Cbecimat, 2006. p. 9216 - 9227. Disponível em: <<http://www.metallum.com.br/17cbecimat/resumos/17Cbecimat-412-023.pdf>>. Acesso em: 27 maio 2011.

SKEIST, Irving. **Handbook of Adhesives**. 3. ed. Nova Iorque: Van Nostrand Reinhold Co, 1989.

VILJANMAA, Mikko et al. Hydrolytic and environmental degradation of lactic acid based *hot melt* adhesives. **Polymer Degradation and Stability**, Tampere, n. 78, p. 269-278, 2002.