

**ESPAÑA** 



11) Número de publicación: 2 391 866

(51) Int. Cl.: C09J 131/04 (2006.01) C08F 18/08 (2006.01) C08K 5/12 (2006.01)

12 TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

- 96 Número de solicitud europea: 07837490 .7
- 96 Fecha de presentación: 29.08.2007
- 97 Número de publicación de la solicitud: 2057241
   97 Fecha de publicación de la solicitud: 13.05.2009
- 54 Título: Tereftalatos como plastificantes en composiciones poliméricas de acetato de vinilo
- 30 Prioridad: 30.08.2006 US 841073 P

73) Titular/es:

EASTMAN CHEMICAL COMPANY (100.0%) 200 SOUTH WILCOX DRIVE KINGSPORT TN 37660, US

45 Fecha de publicación de la mención BOPI: 30.11.2012

(72) Inventor/es:

STIMPSON, MARTIN JAMES y HOLT, MARK STEPHEN

Fecha de la publicación del folleto de la patente: **30.11.2012** 

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 391 866 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

### **DESCRIPCIÓN**

Tereftalatos como plastificantes en composiciones poliméricas de acetato de vinilo.

#### Campo de la invención

5

10

15

20

30

35

La presente invención se refiere a composiciones acuosas que contienen polímeros de acetato de vinilo (comúnmente denominados como "emulsiones poliméricas de vinilo") y al menos un plastificante que comprende tereftalato de di-n-butilo.

#### Antecedentes de la invención

Las composiciones acuosas que contienen polímeros de acetato de vinilo presentan aplicaciones generalizadas en el área de los adhesivos y revestimientos. Por ejemplo, las composiciones poliméricas acuosas estabilizadas que contienen polímeros de acetato de vinilo tienen aplicaciones como adhesivos para el envasado de papel y la conversión, carpintería, laminado de vinilo, materiales tejidos y no tejidos, películas, laminas metalizadas y películas metalizadas, y materiales celulares flexibles tales como espumas de poliuretano o caucho esponjoso. Con frecuencia, los adhesivos se preparan con polímeros sintetizados usando polimerización de emulsión y como tal, son denominados comúnmente "emulsiones poliméricas". En la evaporación o la retirada del medio acuoso, las composiciones experimentan curado o endurecen a temperatura ambiente para formar un enlace que, de manera deseable, se caracteriza por una elevada resistencia al calor, humedad y agua. Algunos ejemplos de composiciones de emulsión acuosa polimérica de acetato de vinillo se pueden encontrar en las patentes de EE.UU. Nos. 5.571.860, 6.803.403 y 6.762.239.

Los aditivos tales como plastificantes resultan útiles con las composiciones adhesivas poliméricas de acetato de vinilo, por ejemplo para proporcionar temperaturas de transición vítrea más bajas, temperaturas de formación de películas más bajas y viscosidades más elevadas. No obstante, existe una continua necesidad de nuevos plastificantes para dichos usos.

#### Sumario de la invención

La presente invención es una composición acuosa que contiene al menos un polímero de acetato de vinilo y al menos un plastificante que comprende tereftalato de di-n-butilo. La invención además incluye productos que contienen los adhesivos de la presente invención. La invención además incluye métodos para preparar y usar los adhesivos de la presente invención.

De este modo, la invención proporciona composiciones acuosas que contienen al menos un polímero de acetato de vinilo, y al menos un plastificante que comprende tereftalato de di-n-butilo, en el que el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en una cantidad de al menos 6 %, basado en el peso total de los componentes secos de la composición. En algunas realizaciones, la composición es una composición adhesiva que incluye una disolución acuosa que contiene partículas suspendidas en una emulsión estable en la disolución acuosa. Las partículas contienen al menos un polímero de acetato de vinilo y tereftalato de di-n-butilo, y el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en una cantidad de al menos 6 %, basado en el peso total de los componentes secos de la composición.

En algunas realizaciones, la composición es una composición adhesiva que incluye una disolución acuosa que contiene partículas suspendidas en una emulsión estable en la disolución acuosa. Las partículas contienen al menos un polímero de acetato de vinilo y tereftalato de di-n-butilo.

La invención además proporciona métodos de preparación de uno o más de las composiciones de la presente invención. El método incluye combinar una disolución acuosa que contiene al menos un polímero de acetato de vinilo (tal como una emulsión estable de partículas que contiene el polímero) con tereftalato de di-n-butilo.

La invención además proporciona productos que contienen cualquiera de las composiciones de la presente invención.

#### Descripción detallada de la invención

En el presente documento, se describen composiciones acuosas adhesivas que contiene uno o más polímeros de acetato de vinilo y uno o más tereftalatos de alquilo C4 a C8. La composición presenta una variedad de aplicaciones adhesivas, que incluyen carpintería, envasado de papel y conversión, laminado de vinilo, adhesivos de metal a madera, adhesivos de formación de vacío, y la unión de varios substratos no tejidos y papel. La invención además proporciona productos que incluyen las composiciones de la presente invención. La invención además incluye métodos de preparación y uso de los adhesivos de la presente invención. La invención además incluye métodos de aplicación de adhesivos que son las composiciones de la presente invención.

Composiciones de la presente invención

Las composiciones de la presente invención son composiciones acuosas que comprenden al menos un polímero de

acetato de vinilo y al menos un tereftalato de di-n-butilo. Por "composición acuosa" o "disolución acuosa", se entiende que la composición contiene agua en una cantidad de al menos 25 % en peso. En algunas realizaciones, el agua se encuentra presente en una cantidad de 35 a 55 % en peso. En algunas realizaciones, el agua se encuentra presente en una cantidad de 35 a 55 % en peso. En algunas realizaciones, el agua se encuentra presente en una cantidad de 40 a 50 % en peso. En algunas realizaciones, la composición acuosa es una emulsión estable de partículas que contienen polímero de acetato de vinilo y tereftalato de di-n-butilo. Por "emulsión estable" se entiende que las partículas no requieren agitación o calentamiento para evitar la separación a presión estándar (1 atmósfera) y temperatura ambiente (22 °C), típicamente debido a la presencia de compuestos estabilizadores y emulsionantes. Se conocen varias emulsiones estables de polímero de acetato de vinilo en la técnica. En algunas realizaciones, las composiciones se curan al aire, lo que significa que se curan a temperatura ambiente y presión estándar por medios de evaporación de agua de las composiciones, sin necesidad alguna de calentamiento o irradiación para provocar un proceso de curado químico.

En algunas realizaciones, el polímero de acetato de vinilo se encuentra presente en la composición en forma de dispersión acuosa con una cantidad de sólidos dentro del intervalo de 30 a 65 % en peso, o dentro de un sub-intervalo más estrecho tal como 35-60 %, 30-40 %, 50-60 %, 55-60 %, 55-65 % y similares. En algunas realizaciones, el polímero de acetato de vinilo se encuentra presente en cantidades de 50 a 90 % partes en peso por cada 100 partes de la formulación no unida a disolvente (es decir, seca) o un sub-intervalo más estrecho (por ejemplo de 60 a 80 %).

En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 0,01 a 30 % en peso de la composición adhesiva. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 3 % a 30 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 3 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 0,01 a 10 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 3 a 10 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 3 a 15 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 10 a 30 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 8 % a 20 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 6 a 30 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 8 a 30 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de 5 a 8 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 3 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 4 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 5 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 6 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 7 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 8 % en peso. En algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 10 % en peso. Se puede usar cualquier intervalo de peso útil de los tereftalatos. De este modo, existen realizaciones para cada uno de los porcentajes en peso anteriores en los que dichos porcentajes están basados en el peso total de las composiciones (es decir, peso que incluye agua o cualesquiera otros disolventes). No obstante, también existen realizaciones en las cuales el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cada uno de los intervalos anteriores basados en el peso total seco de la composición adhesiva (es decir, excluyendo el peso de agua y de cualesquiera otros disolventes líquidos). De este modo, también existen las combinaciones de pesos total y seco. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el tereftalato de di-n-butilo se encuentra presente en cantidades de al menos 3 % en peso basado en el peso total de la composición, y al menos 6 % en peso basado en el peso seco; al menos 5 % en peso basado en el peso total de la composición, y al menos 6 % en peso basado en el peso seco; al menos 5 % en peso basado en el peso total de la composición, y al menos 10 % en peso basado en el peso seco; al menos 7 % en peso basado en el peso total de la composición, y al menos 10 % en peso basado en el peso seco y similares.

Según se usa a lo largo de la presente memoria descriptiva, " tereftalato de di-n-butilo" significa un compuesto que presenta la estructura que se describe en la fórmula I:

### Polímeros de acetato de vinilo

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Según se usa a lo largo de la presente aplicación, "polímero de acetato de vinilo" significa cualquier polímero que sea el producto de reacción de polimerización de monómeros que incluyan acetato de vinilo y de este modo

contengan monómeros de repetición que sean residuos de la polimerización de monómeros de acetato de vinilo, en los que al menos 80 % en peso de los monómeros de los polímeros de acetato de vinilo son residuos de monómeros de acetato de vinilo o son una combinación de residuos de monómeros de acetato de vinilo y monómeros de etileno. Los polímeros de acetato de vinilo incluyen homopolímeros formados solo a partir monómeros de acetato de vinilo y polímeros que son el producto de reacción de monómeros de acetato de vinilo junto con uno o más de otros monómeros (por ejemplo, copolímeros, terpolímeros, etc.). En algunas realizaciones, el polímero tiene de 50 a 100 % en peso, basado en el peso total del polímero, de residuos de monómero de acetato de vinilo. En algunas realizaciones de la invención, el polímero presenta de 65 a 100 % en peso, basado en el peso total del polímero, de residuos de monómeros de acetato de vinilo. En algunas realizaciones, los residuos de monómeros de acetato de vinilo. En algunas realizaciones, los residuos de monómeros de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero en una cantidad de 80 a 98 % en peso, basado en el peso total del polímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de acetato de vinilo se encuentran presentes en el polímero.

En algunas realizaciones, el polímero incluye hasta 80 % en peso de residuos de otros monómeros copolimerizables insaturados etilénicamente. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los monómeros incluyen uno o más residuos de alfa-olefinas tales como etileno, propileno, buteno, penteno, hexeno, hepteno, octeno o noneno. En algunas realizaciones, los monómeros incluyen uno o más residuos de ésteres insaturados etilénicamente tales como acrilato de etil hexilo o maleato de dibutilo. En algunas realizaciones, los monómeros incluyen uno o más residuos de ácidos carboxílicos insaturados etilénicamente tales como ácido acrílico, ácido metacrílico o ácido maleico. En algunas realizaciones, los monómeros incluyen residuos de uno o más ésteres vinílicos, tales como formiato de vinilo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, isobutirato de vinilo, valerato de vinilo, 2-etil-hexanoato de vinilo, refiriéndose en cada caso a isómeros cis y trans y a sus combinaciones. En algunas realizaciones, el polímero incluye residuos de combinaciones de dos o más de los monómeros anteriores.

En algunas realizaciones, el polímero es un copolímero formado a partir de etileno y acetato de vinilo. La cantidad exacta de etileno usada puede variar dependiendo del uso final específico de la composición y cualquier cantidad se encuentra dentro del alcance de la invención. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero en una cantidad de 2 a 50 % en peso, basado en el peso total del copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero en una cantidad de 2 a 20 % en peso, basado en el peso total del copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero en una cantidad de 7 % a 20 % en peso, basado en el peso total del copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero en una cantidad de 10 % a 20 % en peso, basado en el peso total del copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en el copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en una cantidad de 10 % a 40 % en peso, basado en el peso total del copolímero. En algunas realizaciones, los residuos de monómero de etileno se encuentran presentes en una cantidad de 10 % a 40 % en peso, basado en el peso total del copolímero.

En algunas realizaciones, el polímero incluye residuos de monómeros aptos para reticulación. Se puede usar cualquier tipo eficaz de agentes de reticulación, incluyendo los que reticulan durante la polimerización o los que reticulan después de la polimerización. Algunos ejemplos de agentes de reticulación que reaccionan durante el tipo de polimerización incluyen adipato de divinilo, succinato de divinilo, éter divinílico, éter dialílico, cianurato de trialilo, fumarato de dialilo, citrato de trialilo y maleato de dialilo, y otros compuestos de di- o tri-alilo tales como trialil melamina. Algunos ejemplos de agentes de reticulación de tipo pos-reactivo son compuestos de glucidilo tales como éter de alil glucidilo, acrilato de glucidilo, metacrilato de glucidilo, éter de glucidilo y vinilo y similares; compuestos de N-metilol, tales como N-metilol acrilamida, N-metilol metacrilamida y sus éteres de alquilo, por ejemplo, sus éteres de metilo o butilo.

En algunas realizaciones de la presente invención, el polímero de acetato de vinilo también puede incluir residuos de monómeros de acrilato, monómeros de metacrilato, monómeros que tienen un grupo de ácido carboxílico, monómeros que contienen un grupo de ácido fosfórico o un monómero insaturado mono-olefínicamente que contiene nitrógeno. Algunos ejemplos de monómeros que contienen ácido carboxílico incluyen ácidos alquenoicos C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>, y ácido alquenoicos C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> α,β-insaturados. Algunos ejemplos de monómero funcionalizado con ácido sulfónico incluyen ácido estiren sulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico y vinil sulfonato de sodio. Algunos ejemplos de monómeros funcionalizados con ácido fosfórico incluyen ácido estiren fosfórico, vinil fosfonato de sodio y CH<sub>2</sub>=C(CH<sub>3</sub>)COO(CH<sub>2</sub>)NOPO<sub>3</sub>H, en el que n es de 2 a 4. Algunos ejemplos de monómero insaturado mono-olefínicamente que contiene nitrógeno incluyen nitrilos, amidas, N-metilol amidas, éteres alcohólicos C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> de N-metilol amidas, alilcarbamatos y éteres de alquilo inferiores o ésteres de ácido alcanoico inferiores de N-metilol acrilamida.

60 El polímero también puede incluir residuos de monómeros que contribuyen a la estabilidad de la composición. Algunos ejemplos incluyen ácido vinil sulfónico y ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico o sus sales.

#### Otros componentes de la composición

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

La composición de la presente invención también puede contener un plastificante secundario que se escoge entre cualquier plastificante convencionalmente usado en los adhesivos basados en acetato de vinilo o basados en acetato de etilen-vinilo. Algunos ejemplos de plastificantes secundarios utilizados en las composiciones adhesivas incluyen, por ejemplo, citrato de acetilo y tributilo, ftalato de bencilo y butilo, glicolato de butilo, ftalilo y butilo, ftalato de dibutilo, triacetato de glicerol (triacetina), sebacato de dibutilo, ftalato de dietilo, dibenzoato de dietilenglicol, dibenzoato de dipropilenglicol, dibenzoato de trietilenglicol, dipropilenglicol, un benzoato de alquilo, glicolato de etilo, ftalilo y etilo, poli(éter de oxietilenarilo), ftalato de diisobutilo, diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, ftalato de tributoxietilo, dibenzoato de trietilenglicol, ácido ftálico o combinaciones de cualesquiera dos o más de los anteriores (por ejemplo, una combinación de triacetina y diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol). También se pueden usar poliésters líquidos o tipos de plastificantes sulfonados. En algunas realizaciones, el plastificante secundario se encuentra presente en una cantidad de menos que 60 % en peso del peso total de los plastificantes presentes en la composición adhesiva. En algunas realizaciones, el plastificante secundario es menos que 10 % en peso del peso total de plastificantes de la composición adhesiva.

De manera opcional, la dispersión de acetato de vinilo puede contener poli(alcohol vinílico). En algunas realizaciones, el poli(alcohol vinílico) se usa en cantidades de 0,1 a 10 partes basado en el peso total de la composición. En algunas realizaciones, el poli(alcohol vinílico) se usa en cantidades de 0,5 a 50 partes, basado en el peso total de la composición. En algunas realizaciones, el poli(alcohol vinílico) se usa en cantidades de 1 a 6 partes, basado en el peso total de la composición. Los poli(alcoholes vinílicos) pueden actuar como estabilizadores en algunas realizaciones.

La composición de la presente invención puede contener cualesquiera otros componentes deseados útiles tales como emulsionantes, adherentes, espesantes, des-espumantes, conservantes, tensioactivos, sustancias de relleno, humectantes y similares. Algunos ejemplos de adherentes apropiados incluyen cumaron-indeno, goma de éster, colofonia de goma, resinas de hidrocarburos, colofonias hidrogenadas, resinas de hidrocarburo modificado fenólico, ésteres de colofonia, colofonias de aceite de sebo, terpenos fenólicos, resinas de terpeno, resinas de toluensulfonamidaformaldehído y colofonias de madera. Algunos ejemplos de espesantes apropiados incluyen alginatos, bentonita, caseina, sílice pirógena, goma guar, goma de tragacanto, hidroxietilcelulosa, goma de algarrobillo, metilcelulosa, sales de poli(ácido acrílico) (amonio, potasio, sodio), poli(alcohol vinílico), carboximetil celulosa de sodio y almidones. Algunos ejemplos de sustancias de relleno apropiadas incluyen bentonita, carbonato de calcio, silicato de calcio, arcilla, mica, harinas de cáscara de nuez, sílice, talco, almidones no cocinados y harina de madera. Algunos ejemplos de humectantes apropiados incluyen cloruro de calcio, dietilenglicol, glicerina, hexilenglicol, propilenglicol, cloruro de magnesio, nitrato de sodio, sorbitol, sacarosa y urea. Algunos ejemplos de emulsionantes aniónicos incluyen sulfonatos de alquilo, sulfonatos de alquilarilo, sulfatos de alquilo, sulfatos de hidroxialcanoles, disulfonatos de alquilo y alquilarilo, ácidos grasos sulfonados, sulfatos y fosfatos de poli(alcanoles etoxilados) y alquilfenoles, así como también ésteres de ácido sulfosuccínico. Algunos ejemplos de emulsionantes no iónicos apropiados incluyen los productos de adición de 5 50 moles de óxido de etileno sometidos a formación de aductos hasta obtener alcanoles de cadena lineal y de cadena ramificada con 6 a 22 átomos de carbono, o alquilfenoles, o ácidos grasos superiores, o amidas grasas superiores, o alguila aminas superiores primarias y secundarias; así como también copolímeros en forma de bloques o óxido de propileno con óxido de etileno y sus mezclas.

### **Productos**

La invención además comprende productos que comprenden la composición de la presente invención. Los productos pueden incluir, por ejemplo, un producto al cual se ha aplicado la composición de la presente invención en forma de adhesivo sobre dos o más productos o miembros de un producto. Algunos ejemplos incluyen papel, cartón y materiales para envasado.

### Métodos

La invención además incluye métodos para formular las composiciones de la presente invención. En algunas realizaciones, el método incluye combinar al menos un tereftalato de alquilo C4 a C8 y al menos un polímero de acetato de vinilo. En alguna realización, el método es un método para mejorar la viscosidad de una emulsión de partículas poliméricas de acetato de vinilo y comprende combinar tereftalato de di-n-butilo con dicha emulsión.

Los métodos de uso de las composiciones también se encuentran dentro de la invención. En algunas realizaciones, la composición se aplica sobre un producto, una abertura de un producto, o una unión, junta o conexión entre dos o más productos o miembros de un producto. Se pueden usar cualesquiera métodos, y varios resultan conocidos en la técnica.

### **Ejemplos**

Se prepararon quinientos gramos de formulaciones adhesivas de acetato de vinilo y acetato de etilen-vinilo usando un dispositivo de mezcla DISPERMAT LC. Se usaron adhesivos disponibles comercialmente (composiciones de

acetato de vinilo de la Tabla 1: composiciones de etileno-acetato de vinilo de la Tabla 2) como se especifica a continuación. La columna "nombre comercial" de las Tablas 1 y 2 indica el nombre de producto del fabricante. La columna "Mfg" indica el nombre del fabricante. "Forbo" indica Forbo Adhesives LLC, 523 Davis Drive, Suite 400, Durhan, NC 27713 EE.UU; "Celanese" incdica Celanese Emulsions Gmbh, Frakfurt, Alemania; "Vinavil" indica Vinavil SpA, Villadossola, Italia; "Synthomer" indica Synthomer Ltd., Essex, Reino Unido; y "Air Products" indica Air Products Polymers GmbH & Co KG, Johannes-Hess-Str. 24, 84489 Burghausen, Alemania.

Se prepararon las composiciones que contenían compuestos adhesivos mediante al adición de plastificantes a cada adhesivo por medio de un pipeta, agitación constante durante un período de aproximadamente 2 minutos. Se usaron los siguientes plastificantes:

DnBT: una composición que contenía al menos 96 % en peso de tereftalato de di-n-butilo, un tereftalato de alquilo C<sub>4</sub> a C<sub>8</sub>.

DIBP: ftalato de di-isobutilo, PLATINOL IN de calidad BASF (disponible en Samuel Banner Ltd., Hampton Court, Tudor Road, Manor Park, Runcorn, Cheshire, WA7 1 TU, Reino Unido);

2088: BENZOFLEX 2088, una mezcla de dibenzoato de dietilenglicol, dibenzoato de dipropilenglicol y dibenzoato de trietilenglicol, disponible en Velsicol Chemical Corp., 10400 W. Higgins Road Suite 600, Rosemont, Illinois 60018-3713, EE.UU.); y

TXIB: EASTMAN TXIB, un producto de plastificante que contiene diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol y disponible en Eastman Chemical Company, Kingsport, TN, EE.UU.

Se mezcló cada formulación a aproximadamente 2000 rpm. Se mezcló el plastificante en las composiciones a 5 % de caga o 10 % según se indicó. Por ejemplo, se añadieron 50 gramos de plastificante a 450 gramos de las composiciones a 10 % de adición. Además, se incluyó 0,1 % de des-espumante (Antifoam CF16, disponible en Blackburn Chemicals) y 0,1 % de biocida (disponible en Acticide SPX) en cada mezcla. Posteriormente, se determinó la viscosidad de la composición de plastificante usando un viscosímetro de Brookfield a 23 °C y 20 rpm. Se presentó la viscosidad en centipoise (cps).

Las Tablas 3 y 4 siguientes presentan los resultados. Los puntos de datos no medidos se indican como "nm". Se determinó la viscosidad Brookfield por medio del Método ASTM D1084. Se determinó la dureza de película Konig por medio del Método ASTM D4366. Se determinó la temperatura mínima de formación de película (MFFT) por medio del Método ASTM D2354. Debido a que las disoluciones eras acuosas, cualquier valor registrado de MTFT menor que cero grados Celsius es representado como cero grados Celsius. Además, los valores marcados como "nm\*" para MFFT no se midieron durante los presentes experimentos pero otros datos disponibles indican que el MFFT para composiciones similares habría sido a cero grados Celsius o por debajo. Se determinó la temperatura de transición vítrea (Tg) por medio del Método ASTM D3418 y se determinó tras un segundo calentamiento de la composición.

Tabla 1

Composición de poli(acetato de vinilo) usada durante el ensayo					
Composición	Nombre comercial	Mfg			
P1	VINAC DP55	Synthomer			
P2	DUROSET C325	Celanese			
P3	PACE 383	Forbo			
P4	VINAMUL 8481	Celanese			
P5	VINAVIL KA/R	Vinavil			
P6	VINAVIL CA/R	Vinavil			

35

5

15

20

Tabla 2

Composiciones de copolímero de etileno-acetato de vinilo usadas durante el ensayo					
Composición	Nombre comercial	Mfg			
E1	AIRFLEX EP400	Air Products			
E2	DUROSET E200	Celanese			
E3	DM 132	Celanese			
E4	VINAMUL 3161	Celanese			
E5	VINAMUL 3171	Celanese			

Tabla 3

Resultados para las composiciones de poli(acetato de vinilo)					
	Viscosidad cps 1 Día	Oscilaciones de Dureza de Konig	MFFT °C	Tg  °C 2° Calentamiento	
P1 solo (control)	3660	142	18	40	
P1 con 2088 (5 %)	6080	99	5	29	
P1 con 2088 (10 %)	10740	38	0	18	
P1 con DIBP (5 %)	6240	100	5	29	
P1 con DIBP (10 %)	10900	30	0	16	
P1 con TXIB (5 %)	6080	72	4	25	
P1 con TXIB (10 %)	8240	63	3	11	
P1 con TXIB/2088 50:50 (5 %)	5550	77	4	28	
P1 con TXIB/2088 50:50 (10 %)	10820	22	0	13	
P1 con DnBT (5 %)	5630	83	4	26	
P1 con DnBT (10 %)	9360	24	0	11	
P1 con DnBT:TXIB 30:70 (5 %)	5980	78	4	26	
P1 con DnBT:TXIB 30:70 (10 %)	9880	28	0	10	
P2 solo (control)	2770	150	15	43	
P2 con 2088 (10 %)	3800	42	0	19	
P2 con DIBP (10 %)	3890	34	0	17	
P2 con TXIB (10 %)	4200	65	2	11	
P2 con TXIB/2088 50:50 (10 %)	3950	24	0	13	
P2 con DnBT (10 %)	3810	22	0	12	
P3 solo (control)	3720	146	14	40	
P3 con 2088 (10 %)	5800	32	0	15	
P3 con TXIB (10 %)	6450	50	2	11	
P3 con DnBT (10 %)	5900	21	0	8	
P4 solo (control)	2640	144	18	43	
P4 con 2088 (5 %)	5020	91	7,6	29	
P4 con 2088 (10 %)	10700	29	0,5	18	

Resultados para las composiciones de poli(acetato de vinilo)					
	Viscosidad cps 1 Día	Oscilaciones de Dureza de Konig	MFFT °C	Tg °C 2° Calentamiento	
P4 con DIBP (5 %)	5040	72	5,7	27	
P4 con DIBP (10 %)	11360	14	0	12	
P4 con TXIB (5 %)	5380	75	6,4	28	
P4 con TXIB (10 %)	11740	41	5,4	13	
P4 con DnBT (5 %)	5190	79	7,2	27	
P4 con DnBT (10 %)	10760	19	1,3	14	
P4 con Eastman 168 (5 %)	4970	119	16,9	39	
P4 con Eastman 168 (10 %)	6740	72	17,2	35	
P5 solo (control)	49600	nm	14	37,5	
P5 con DIBP (5 %)	68800	nm	2	21,0	
P5 con DIBP (10 %)	105200	nm	0	3,5	
P5 con DIBP (15 %)	121800	nm	0	-9,7	
P5 con DnBT (5 %)	69000	nm	3	16,9	
P5 con DnBT (10 %)	95400	nm	0	4,0	
P5 con DnBT (10 %)	95400	nm	0	4,0	
P6 solo (control)	41600	nm	15	38,7	
P6 con DIBP (5 %)	58400	nm	7	25,2	
P6 con DIBP (10 %)	108200	nm	0	8,1	
P6 con DIBP (15 %)	158600	nm	0	0,5	
P5 con DnBT (5 %)	63200	nm	7	24,3	
P5 con DnBT (10 %)	103200	nm	0	12,1	
P5 con DnBT (10 %)	103200	nm	0	12,1	

Tabla 4

Resultados para las composiciones de copolímero de etileno-acetato de vinilo E1 y E2					
	Viscosidad cps 1 Día	Oscilaciones de Dureza de Konig	MFFT °C	Tg °C 2° Calentamiento	
E1 solo (control)	2230	10	nm*	7,4	
E1 con 2088 (5 %)	5150	7	nm*	-1,0	
E1 con 2088 (10 %)	11540	8	nm*	-8,4	
E1 con DnTB (5 %)	5500	9	nm*	-0,3	
E1 con DnTB (10 %)	13350	9	nm*	-12,0	
E1 con DIBP (5 %)	5550	8	nm	-3,5	
E1 con DIBP (10 %)	13100	9	nm	-14,3	
E1 con TXIB (5 %)	5800	8	nm	-4,2	
E1 con TXIB (10 %)	15300	11	nm	-17,6	
E1 con Eastman 168 (5 %)	3636	10	nm	-3,7	
E1 con Eastman 168 (10 %)	4640	10	nm	-13,6	

Resultatios para la	Resultados para las composiciones de copolímero de etileno-acetato de vinilo E1 y E2			
	Viscosidad cps 1 Día	Oscilaciones de Dureza de Konig	MFFT ºC	Tg °C 2° Calentamiento
E2 solo (control)	2620	7	0	6
E2 con 2088 (5 %)	4420	6	0	-2
E2 con 2088 (10 %)	9000	5	0	-9
E2 con DnTB (5 %)	4680	6	0	-6
E2 con DnTB (10 %)	9220	6	0	-15
E2 con DIBP (5 %)	4390	6	0	-3
E2 con DIBP (10 %)	9200	6	0	-12
E3 solo (control)	7100	nm	nm	nm
E3 con 2088 (5 %)	9500	nm	nm	nm
E3 con 2088 (10 %)	18200	nm	nm	nm
E3 con DnTB (5 %)	10100	nm	nm	nm
E3 con DnTB (10 %)	19350	nm	nm	nm
E3 con DIBP (5 %)	10600	nm	nm	nm
E3 con DIBP (10 %)	19500	nm	nm	nm
E3 con TXIB/2088 50:50 (5 %)	10700	nm	nm	nm
E3 con TXIB/2088 50:50 (10 %)	18700	nm	nm	nm
E3 con TXIB/DnBT 50:50 (5 %)	nm	nm	nm	nm
E3 con TXIB/DnBT 50:50 (10 %)	nm	nm	nm	nm
E4 solo (control)	5150	nm	nm	nm
E4 con 2088 (5 %)	9200	nm	nm	nm
E4 con 2088 (10 %)	17100	nm	nm	nm
E4 con DnTB (5 %)	9250	nm	nm	nm
E4 con DnTB (10 %)	18100	nm	nm	nm
E4 con DIBP (5 %)	9600	nm	nm	nm
E4 con DIBP (10 %)	16700	nm	nm	nm
E4 con TXIB/2088 50:50 (5 %)	9600	nm	nm	nm
E4 con TXIB/2088 50:50 (10 %)	19000	nm	nm	nm
E4 con TXIB/DnBT 50:50 (5 %)	nm	nm	nm	nm
E4 con TXIB/DnBT 50:50 (10 %)	nm	nm	nm	nm
E5 solo (control)	2150	nm	nm	nm
E5 con 2088 (5 %)	3250	nm	nm	nm
E5 con 2088 (10 %)	5250	nm	nm	nm
E5 con DnTB (5 %)	3650	nm	nm	nm
E5 con DnTB (10 %)	6850	nm	nm	nm
E5 con DIBP (5 %)	2800	nm	nm	nm
E5 con DIBP (10 %)	5050	nm	nm	nm
E5 con TXIB/2088 50:50 (5 %)	3150	nm	nm	nm

Resultados para las composiciones de copolímero de etileno-acetato de vinilo E1 y E2				
	Viscosidad cps 1 Día	Oscilaciones de Dureza de Konig	MFFT °C	Tg °C 2° Calentamiento
E5 con TXIB/2088 50:50 (10 %)	5250	nm	nm	nm
E5 con TXIB/DnBT 50:50 (5 %)	nm	nm	nm	nm
E5 con TXIB/DnBT 50:50 (10 %)	nm	nm	nm	nm

#### **REIVINDICACIONES**

- 1.- Una composición acuosa que comprende:
  - a) al menos un polímero de acetato de vinilo; y
  - b) al menos un plastificante que comprende tereftalato de di-n-butilo.
- 5 2. Una composición que comprende:

10

- a) una disolución acuosa; y
- b) partículas suspendidas en una emulsión estable en la disolución acuosa,

en la que las partículas comprenden al menos un polímero de acetato de vinilo y tereftalato de di-n-butilo.

- 3. La composición de la reivindicación 1 ó 2, en la que el tereftalato de di-n-butilo comprende al menos 6 % del peso seco de la composición acuosa.
  - 4. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que el polímero de acetato de vinilo es un homopolímero de residuos de acetato de vinilo.
  - 5. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que el polímero de acetato de vinilo es un copolímero de etileno y residuos de acetato de vinilo.
- 15 6. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que el polímero de acetato de vinilo es un copolímero de etileno y residuos de acetato de vinilo y residuos de al menos un monómero adicional.
  - 7. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en la que la composición comprende entre 35 % y 55 % en peso de agua.
- 8. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que además comprende al menos un plastificante adicional escogido entre citrato de tributilo, ftalato de bencilo y butilo, glicolato de butilo ftalilo y butilo, ftalato de dinbutilo, ftalato de dissobutilo, diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, sebacato de dibutilo, ftalato de dietilo, dibenzoato de dietilenglicol, dipropilenglicol, dibenzoato de dipropilenglicol, glicolato de etilo ftalilo y etilo, etil-p-toluen sulfonamida, hexilenglicol, poli(éter de oxietilenarilo), ftalato de tributoxietilo, triacetina, dibenzoato de trietilenglicol y ácido ftálico, o combinaciones de dos o más de los anteriores.
- 9. La composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-8, que además comprende triacetina, diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol o una de sus combinaciones.
  - 10. Un producto que comprende la composición de cualquiera de las reivindicaciones 1-9.
  - 11. Un método que comprende:
    - a) proporcionar al menos una emulsión estable de partículas en una disolución acuosa,
- 30 en la que las partículas comprenden al menos un polímero de acetato de vinilo, y
  - b) combinar la emulsión estable y tereftalato de di-n-butilo.
  - 12. El método de la reivindicación 11, en el que el tereftalato de di-n-butilo comprende al menos 6 % del peso seco de la composición acuosa.
- 13. El método de la reivindicación 11 ó 12, en el que el polímero de acetato de vinilo es un homopolímero de residuos de acetato de vinilo.
  - 14. El método de la reivindicación 11 ó 12, en el que el polímero de acetato de vinilo es un copolímero de etileno y residuos de acetato de vinilo.
  - 15. El método de la reivindicación 11 ó 12, en el que el polímero de acetato de vinilo es un copolímero de etileno y residuos de acetato de vinilo y los residuos tienen al menos un monómero adicional.