

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 575 983**

51 Int. Cl.:

C08K 5/13 (2006.01)

C08K 5/16 (2006.01)

C08K 5/21 (2006.01)

B01F 17/40 (2006.01)

B01F 17/52 (2006.01)

C08L 61/26 (2006.01)

C08L 61/24 (2006.01)

C04B 26/12 (2006.01)

C08G 14/00 (2006.01)

C08L 33/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.09.2005 E 05787091 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016 EP 1794229**

54 Título: **Agentes de dispersión mejorados para polvos de polímeros redispersables y polvos polímeros redispersables que los incluyen**

30 Prioridad:

28.09.2004 AU 2004905612

09.12.2004 AU 2004907052

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.07.2016

73 Titular/es:

**ACQUOS PTY LTD. (100.0%)
80 PREMIER DRIVE
CAMPBELLFIELD, VICTORIA 3061, AU**

72 Inventor/es:

DE FAZIO, VALENTINO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 575 983 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

Agentes de dispersión mejorados para polvos de polímeros redispersables y polvos polímeros redispersables que los incluyen

5 La presente invención se refiere a adyuvantes de redispersión para ser usados en la fabricación de polvos de polímeros redispersables y procedimientos para prepararlos. En particular, la invención se refiere al uso de productos de condensación basados en orto-cresol y sus sales que incluyen unidades que contienen N derivadas de un componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo durante la polimerización. Los polímeros de condensación basados en orto-cresol o sus sales tienen ventajosamente propiedades mejoradas sobre los productos de condensación de la técnica anterior usados para polvos de polímeros redispersables.

10 El uso de polímeros formadores de películas redispersables en forma de polvo encuentra un uso extendido en un cierto número de industrias. Por ejemplo, estos polímeros formadores de películas redispersables son usados como aglutinantes de construcción para adhesivos de baldosas, yesos para resinas sintéticas, mezclas para nivelar suelos y en sectores en los que es generalmente deseable un sistema sin agua. Estos sistemas se producen en general mediante la combinación en seco de las materias primas, como arena, cemento, carbonato de calcio, polvo de sílice, espesantes basados en celulosa modificada y el polvo de polímero seco, para obtener un producto acabado ya listo para ser usado para ser mezclado en el lugar en el que se añade agua en el punto de uso. Los sistemas son ventajosos y evitan la necesidad de un sistema de dos componentes, un componente que contiene una dispersión de polímero acuoso y el otro componente que contiene el componente de polvo que puede contener un componente de fraguado hidráulico como cemento. La evitación de estos sistemas puede ser ventajosa por un cierto número de razones como la economía, utilidad y consideraciones medioambientales.

15 Para obtener un polímero formador de película en forma de polvo, una dispersión líquida del polímero es sometida a una operación de secado en la que se separa agua mediante un método adecuado como secado por aspersión o liofilización. El secado por aspersión es un método ampliamente usado y comprendido que proporciona un polvo fino que, bajo condiciones predeterminadas bien controladas, no tiene que ser adicionalmente tratado. Por lo tanto, este método es generalmente preferido.

20 Con el fin de fabricar un polvo de polímero formador de película redispersable con transiciones vítreas por debajo de 50 °C, generalmente es necesario añadir a la dispersión líquida antes del secado por aspersión una cantidad de adyuvante de redispersión. Los adyuvantes de redispersión actúan para revestir partículas de polímeros individuales para evitar una formación de partículas primarias irreversible. Estos adyuvantes aumentan también ventajosamente el rendimiento durante el procedimiento de secado por aspersión, minimizando la adhesión del polímero seco a las paredes del secador por aspersión. El adyuvante de redispersión puede mejorar también la estabilidad en almacenamiento del polvo de polímero minimizando el "bloqueo" (la fusión termoplástica de las partículas de polímero bajo presión del peso) y generalmente debería tener propiedades hidrófilas para ayudar a la dispersabilidad del polvo de polímero en la nueva reintroducción de agua.

25 Los polvos de polímeros redispersables conocidos hasta la fecha comprenden generalmente un adyuvante de redispersión que es soluble en agua y que es generalmente añadido a la dispersión del polímero antes del secado por aspersión. Como se estableció anteriormente, esto ventajosamente evita o reduce la formación de partículas primarias durante la operación de secado por aspersión.

30 Los poli(alcoholes vinílicos) han sido usados históricamente como adyuvantes de redispersión para dispersiones de etileno-acetato de vinilo (EVA) durante muchos años. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos nº 3.883.489 concedida a la empresa Hoechst Aktinengesellschaft hace uso de poli(alcohol vinílico) como un adyuvante de redispersión para dispersiones de etileno-acetato de vinilo. Aunque no son tan eficaces, los poli(alcoholes vinílicos) pueden ser usados también como adyuvantes de redispersión en la fabricación de polvos de polímeros acrílicos o estireno-acrílicos redispersables. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos nº 5.567.750 concedida a la empresa Wacker-Chemie GmbH hace uso de poli(alcohol vinílico) junto con un poli(alcohol vinílico) con funcionalidad amino para fabricación de un polvo de polímero estireno-acrílico redispersable. La patente de Estados Unidos nº 5.519.084 concedida a la empresa Air Products and Chemicals hace uso de un poli(alcohol vinílico) como un adyuvante de redispersión con un polímero acrílico que consiste en ácido carboxílico con hasta 15% de insaturación olefínica. Sin embargo, los poli(alcoholes vinílicos) no son completamente satisfactorios como adyuvantes de dispersión para dispersiones acrílicas o estireno-acrílicas o de estireno-butadieno como lo son para las dispersiones de etileno-acetato de vinilo.

35 40 45 50 55 60 El uso de sales de condensados de ácido arilsulfónico-formaldehído como adyuvantes de redispersión es también conocido, especialmente para dispersiones acrílicas. La publicación de patente alemana 2445813 traducida como "polvo sintético redispersable y método de producción" describe el uso de condensados de ácido fenol-sulfónico-formaldehído y condensados de ácido naftaleno-sulfónico-formaldehído y sus sales alcalinas o sales de metales alcalinotérreos como adyuvantes de redispersión para polvos redispersables. La patente de Estados Unidos nº 5.225.478 concedida a la empresa BASF describe también el uso de condensados de ácido fenol-sulfónico-formaldehído y sus sales alcalinas o sales de metales alcalinotérreos como un adyuvante de dispersión. La patente de Estados Unidos nº 6.028.167 concedida a la empresa BASF describe una mejora controlando el peso molecular de los adyuvantes de redispersión. Análogamente, la patente australiana nº 718.907 describe una mejora en

condensados de ácido naftaleno-sulfónico-formaldehído controlando o restringiendo el peso molecular de los adyuvantes de redispersión.

La cuestión del control del peso molecular generalmente se considera importante en la fabricación de adyuvantes de redispersión para polvos redispersables. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos nº 6.028.167 describe en el Ejemplo S1 el método de fabricación para un condensado de ácido fenol-sulfónico-formaldehído con un peso molecular de 750. El Ejemplo S1 se repitió (como Ejemplo S2) siendo el único cambio el tiempo de condensación aumentada y, por tanto, el peso molecular. El Ejemplo S2 no fue tan eficaz como el Ejemplo S1 como adyuvante de dispersión. Durante la fabricación a escala industrial, por lo tanto, el control del peso molecular es un parámetro importante. Además, hay siempre una cantidad residual de componentes de peso molecular elevado (>10.000) que permanece después de la reacción (Tabla 1 en el mismo Ejemplo Inventivo de la patente). Esta parte del adyuvante de redispersión no será tan eficaz como las especies de peso molecular inferior que son necesarias para redispersar el polvo de polímero.

La solicitud australiana número 2003904725 de la empresa Acquos Pty Ltd describe un condensado de oligómero basado en condensado de orto-sulfonato de cresol en el que se obtiene un producto de bajo peso molecular siendo prácticamente eliminados los condensados de peso molecular elevado. Esto proporciona mejoras considerables en las propiedades de los polvos redispersables fabricados.

Aunque el producto de bajo peso molecular anteriormente mencionado de condensados de ácido aril-sulfónico-formaldehído, como el condensado de ácido fenol-sulfónico-formaldehído de la patente de Estados Unidos nº 6.028.167 y el condensado de ácido naftaleno-sulfónico formaldehído en la patente australiana nº 718.907 son adyuvantes de redispersión eficaces, siendo la solicitud australiana número 2003904725 un adyuvante de redispersión especialmente eficaz, adolecen todos de un inconveniente importante en cuanto que al color acabado del polímero seco final que comprende esta clase de adyuvante de redispersión de condensación no es enteramente satisfactorio. El problema se pone de manifiesto en forma de un polvo de polímero coloreado, en contraste con un polvo blanco que es fabricado usando tecnologías basadas en poli(alcohol vinílico) como un coloide protector o adyuvante de dispersión. Se hace mención de esta deficiencia en la patente de Estados Unidos número 6.217.483 con una mejora en el color, conseguida solamente retirando esta clase de polímero de condensación. Aunque el color no es habitualmente considerado una cuestión a tener en cuenta cuando se usan contenidos bajos de polímero en los morteros acabados, el problema se exagera en sistemas de rendimientos superiores y en sistemas de membranas de un paquete. Es decir, los sistemas en los que se usan niveles elevados de polvos de polímero redispersable prescindiendo de un componente de látex líquido han sido una tendencia en los últimos tiempos.

La patente de Estados Unidos número 5.342.916 propone un polímero de condensación de fenol-urea sulfonatada-melamina con un color mejorado. Sin embargo, no se hace mención de si es necesario el peso molecular del polímero y una cantidad elevada de polímero de condensación para la redispersabilidad. El escaso rendimiento puede ser achacado al elevado peso molecular del polímero de condensación. Los procedimientos de fabricación para estos polímeros de condensación son complejos, siendo muy difíciles de controlar las reacciones de múltiples etapas y el peso molecular debido a la naturaleza reactiva del ácido fenol-sulfónico con dos sitios reactivos con formaldehído y la naturaleza reactiva de la urea con dos o más sitios reactivos con formaldehído.

La presente invención se dirige a proporcionar un adyuvante de redispersión alternativo para ser usado en la fabricación de polvos de polímeros redispersables. Particularmente, un adyuvante de redispersión que es adecuado para ser usado en sistemas que implican un polímero que tiene una temperatura de transición vítrea relativamente baja. La invención proporciona adicionalmente y ventajosamente un procedimiento industrial que hará más reproducible la fabricación de estos adyuvantes de redispersión, en términos de obtener condensados de bajo peso molecular con un color mejorado en los productos acabados y más rendimiento reológico deseable en el sistema acabado que contiene estos polímeros secados por aspersión.

Según aspecto de la invención se proporciona un polvo de polímero redispersable que incluye:

un polímero que va a ser redispersado; y

un producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo que incluye unidades que contienen N, derivadas de un componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo durante la reacción de polimerización de condensación;

en el que menos de 0,5 moles del componente basado en N por mol de orto-cresol son incorporados en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo y en el que producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo está sustancialmente exento de especies de peso molecular elevado (>10.000).

Según un aspecto adicional, la invención proporciona el uso de un producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo que incluye unidades que contienen N, derivadas de un componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo durante la reacción de polimerización de condensación, en forma de un adyuvante de redispersión en un polvo de polímero redispersable, en que menos de 0,5 moles del componente basado en N por mol de orto-cresol son incorporados en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo, y en que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo está sustancialmente exento de especies de peso molecular elevado (>10.000).

Se proporciona también un producto que incluye, como un aglutinante el polvo de polímero redispersable expuesto de acuerdo con esta invención. Se proporciona, todavía adicionalmente, el uso de este polvo de polímero redispersable como un aglutinante para un producto como, por ejemplo, composiciones de fraguado hidráulico, adhesivos, composiciones de revestimiento, digestores de resinas sintéticos y para modificar materiales de construcción.

Como se usa en la presente memoria descriptiva, la expresión "producto de condensación basado en orto-cresol" incluye principalmente polímeros de condensación de ácido orto-cresol-sulfónico-formaldehído y polímeros de condensación de ácido (orto-cresol/fenol)-sulfónico-formaldehído, pero incluye también dentro de su ámbito productos de condensación mixtos de ácido orto-cresol-sulfónico con otros monómeros adecuados para esta reacción de condensación, más específicamente su producto sulfonatado.

El componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo puede adoptar cualquier forma adecuada. Por ejemplo, este puede ser un material orgánico basado en amino que experimentará una reacción de condensación con formaldehído y orto-cresol, como melamina. Sin embargo, lo más preferentemente es urea. Consecuentemente, el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es preferentemente un producto de condensación basado en ácido orto-cresol-sulfónico/urea y/o un producto de condensación basado en ácido orto-cresol-sulfónico/urea y melamina.

En ciertas realizaciones, el componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo puede ser proporcionado también en una forma sulfometilada, sulfatada o sulfonatada. Esto puede hacer ventajosamente que el producto sea más hidrófilo. El componente basado en N sulfometilado, sulfatado o sulfonatado, que se apreciará que es un subgrupo del componente basado en N anterior, puede ser cualquiera de los componentes basados en N anteriormente mencionados que haya sido tratado con métodos conocidos por los que trabajan en este campo. Un ejemplo de un método se indica en la patente de EE.UU. 5.424.390 de Dupuis et al. Es particularmente preferida melamina sulfonatada con metabisulfito de sodio en formaldehído.

Se ha encontrado sorprendentemente que la cantidad de componente basado en N necesaria para conseguir los resultados requeridos es bastante eficaz a menos de 0,5 moles de componente basado en N por mol de orto-cresol.

Aunque no se desean vinculaciones teóricas en cuanto al motivo por el que los productos de esta invención son eficaces, lo que sigue sirve como una guía que no está previsto que limite el alcance de la invención en modo alguno, sino que sirva como una información para los productos de síntesis más probables de la invención.

El producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es, en una realización, un ácido orto-cresol-sulfónico, un producto de condensación basado en N de aminoplasto-formaldehído que puede ser fabricado mediante un método que incluye:

(i) sulfonatar orto-cresol con ácido sulfúrico; y

(ii) condensar el orto-cresol sulfonatado con el componente basado en N y formaldehído.

La primera etapa de esta realización de la invención implica la sulfonación de orto-cresol con ácido sulfúrico bajo una concentración ligeramente mayor que la equimolar (es decir, un ligero exceso de ácido sulfúrico). El ácido sulfúrico puede ser ácido sulfúrico concentrado, óleum o ácido sulfúrico que contiene hasta 15% de agua. La sulfonación del orto-cresol es generalmente una reacción en orto/para con relación al grupo hidroxilo. Sin embargo, a las temperaturas seleccionadas, la sulfonación se produce normalmente en posición para con relación al grupo hidroxilo debido a razones como un impedimento estérico entre otras razones sintéticas, en oposición a la única posición orto que está disponible. Esta primera etapa formaría predominantemente ácido orto-cresol-sulfónico con el grupo sulfónico en posición para respecto al radical hidroxilo. La adición del ácido sulfúrico tiene lugar preferentemente de 35 a 60 °C mientras que la sulfonación final tiene lugar preferentemente a temperaturas superiores (tales como de 85 a 105 °C).

La segunda etapa implica la condensación del orto-cresol sulfonatado con el componente basado en N y formaldehído, es preferentemente a una temperatura desde temperatura ambiente hasta aproximadamente 100 °C. El tiempo requerido para la condensación, preferentemente a una temperatura desde aproximadamente temperatura ambiente hasta aproximadamente 100 °C. El tiempo necesario para la condensación dependerá de la temperatura usada y de la cantidad de agua durante la etapa de condensación. Como la condensación es predominante orto/para, la condensación solo tendrá lugar en la posición orto restante del ácido orto-cresol-sulfónico. El producto predominante fabricado es un producto de condensación de peso molecular controlado compuesto por un ácido orto-cresol-sulfónico y un componente basado en N. Por lo tanto, el ácido orto-cresol-sulfónico es una molécula que introduce un grupo de ácido sulfónico y actúa como un regulador del peso molecular.

Según una realización alternativa el producto de condensación basado en N del orto-cresol o sal del mismo es un producto de condensación mixto de ácido orto-cresol-sulfónico que puede ser fabricado mediante un método que incluye:

(i) sulfonar orto-cresol con ácido sulfúrico bajo un ligero exceso de ácido sulfúrico; y

(ii) condensar el orto-cresol sulfonatado y el producto basado en N con un monómero compatible.

En esta realización el ácido orto-cresol-sulfónico es usado como un regulador del peso molecular para la producción de polímeros de condensación mixtos con monómeros como cresol (isómeros mixtos), fenol, resorcinol, naftaleno, meta-cresol, para-cresol así como sus respectivos ácidos sulfonatados, mientras que el producto basado en N presente proporciona un color mejorado.

Aunque estarán presentes otras combinaciones de oligómeros en los productos de los reactantes resultantes, los productos son generalmente especies de bajo peso molecular que son eficaces y están dentro del intervalo de pesos moleculares que es preferido para un adyuvante de redispersión para polvos de polímeros redispersables. De forma más importante, las especies de peso molecular elevado son significativamente reducidas o eliminadas usando las etapas anteriormente mencionadas. Se cree que esto es cierto en la medida en que la sulfonación del orto-cresol se complete en la primera etapa (para reducir los sitios reactivos para la condensación para solamente una posición orto restante), y se usa una cantidad significativa de orto-cresol para regular el peso molecular del producto final. El producto final puede ser neutralizado antes de ser usado con una base.

Como se indicó previamente, la cantidad de componente basado en N generalmente usada es menor que 0,5 moles por mol de ácido orto-cresol-sulfónico. Más preferentemente, hasta 0,5 moles de componente basado en N, como urea y melamina, es bastante suficiente para conseguir los resultados deseados sin tener que usar excesivo componente basado en N mientras se realiza la reacción de condensación a temperaturas bastante moderadas.

El producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo, preferentemente condensado de ácido orto-cresol-sulfónico-urea-formaldehído, es usado generalmente en la forma de sus sales. Las sales incluyen generalmente las sales de metales alcalinos o las sales de metales alcalinotérreos. Pueden ser usadas también sales de amonio o sales de aminas orgánicas. Las sales preferidas son las sales de calcio o las sales de sodio o combinaciones de estas.

La presente invención proporciona también el uso de productos de condensación basados en orto-cresol o sales de los mismos como se describió anteriormente, particularmente condensado de ácido orto-cresol-sulfónico-urea-formaldehído y sus sales, como un adyuvante de redispersión en la preparación de polvos de polímeros redispersables. Preferentemente, el producto de condensación de orto-cresol/basado en N o sal del mismo es añadido a un nivel de aproximadamente 1% a aproximadamente 30% en peso de producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo con relación al polvo de polímero sólido, más preferentemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 15%. Esto ilustra una ventaja de los polvos de la invención sobre los productos de la técnica anterior que requieren generalmente cantidades mayores de adyuvante de redispersión basado en el peso del polímero.

Los polímeros que pueden ser usados en combinación con el producto de condensación de orto-cresol/basado en N o sal del mismo son generalmente los que tienen transiciones vítreas por debajo de 50 °C. Los más preferidos son polímeros flexibles que tienen generalmente una transición vítrea por debajo de 5 °C. Por ejemplo, polímeros fabricados usando técnicas de polimerización en emulsión. Los polímeros pueden ser polímeros acrílicos puros (ejemplos basados en metacrilato de metilo y acrilatos de alquilo como acrilato de butilo), estireno-acrílicos (por ejemplo, basados en estireno y acrilato de alquilo como acrilato de 2-etilhexilo), polímeros de acetatos con acrilato de alquilo o etileno o maleatos y polímeros basados en estireno-butadieno. Más particularmente, el polímero puede contener preferentemente dos o más monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en estireno, metacrilato de metilo, acetato de vinilo, butadieno, acrilato de n-butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acrilato de isopropilo, propionato de vinilo, maleato de dibutilo, etileno, acrilato de terc-butilo, ácido metacrílico, ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida o metacrilato de hidroxietilo.

El tipo de polímero que va a ser usado en esta invención, sin embargo, no está restringido a la combinación anteriormente referida, sino que la mayoría de los polímeros usados en la industria, usados en la fabricación de productos de construcción y usados como polímero de dispersión aniónico o no iónico en agua, serán capaces generalmente de ser usados con el polímero de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo en la medida en que dos componentes sean compatibles cuando se mezclan en forma líquida antes de secar, particularmente secando por aspersión. Ejemplos de estos tipos de polímeros son los generalmente citados en la descripción de la patente australiana n° 717.206, que se incorpora como referencia a la presente memoria descriptiva en su totalidad mediante referencia a la misma. El tipo de polímero no es crítico para el uso de la invención.

El producto de condensación basado en orto-cresol/basado en N o sal del mismo es generalmente mezclado con la dispersión de polímero antes de secar. La mezcla resultante a continuación es preferentemente secada por aspersión usando técnicas convencionales de secado por aspersión. Por ejemplo, se usan atomización por discos rotatorios, boquillas de fluido único o boquillas de fluidos múltiples para la etapa de atomización junto con una operación de secado en una cámara usando preferentemente aire calentado de 120 a 180 °C. El polvo de polímero resultante es preferentemente recogido en ciclones o alojamientos de bolsas de filtro. Pueden ser medidos también agentes anti-apelmazamiento mientras el polvo de polímero está en suspensión en la corriente de aire.

Se expondrán seguidamente realizaciones de la invención más en detalle con referencia a los siguientes ejemplos, que se proporcionan para ilustrar solamente y que no deben ser considerados como limitación del alcance de la invención en modo alguno.

Ejemplo Preparativo D1

Un reactor de laboratorio de 1 litro de vidrio equipado con 2 líneas de dosificación, un agitador mecánico de velocidad variable, un condensador de reflujo, un termómetro de vidrio y un baño de agua se introdujeron 77 gramos de agua desionizada, 0,8 gramos de bicarbonato de sodio, 0,5 gramos de etoxilato de nonil-fenol con 30 moles de óxido de etileno, 0,35 gramos de sal de sodio sólida de un nonil-fenol-etoxilato sulfatado con 30 moles de óxido de etileno. A lo que antecede se añadieron 17 gramos de una Mezcla de Alimentación 1 que comprendía 78 gramos de agua, 2 gramos de un etoxilato de nonil-fenol con 30 moles de óxido de etileno, 0,7 gramos de una sal de sodio de un etoxilato de nonil-fenol sulfatado con 30 moles de óxido de etileno, 5 gramos de acrilamida, 144 gramos de acrilato de butilo y 96 gramos de estireno y se calentó a 85 °C. Una vez que la temperatura había alcanzado 85 °C, se añadieron 2 gramos de una Mezcla de Alimentación 2 que comprendía 22 gramos de agua con 1,6 gramos de persulfato de sodio. La carga introducida en el reactor se dejó reaccionar durante 10 minutos. Seguidamente se alimentó el resto de Mezcla de Alimentación 1 durante 2 horas mientras que la Mezcla de Alimentación 2 restante se alimentó durante 2 horas y 10 minutos. El contenido del matraz del reactor se mantuvo a 85 °C controlando la temperatura del baño de agua. La velocidad del agitador fue de aproximadamente 400 rpm. Al final de las alimentaciones, el producto de reacción se mantuvo durante 30 minutos a 85 °C. Seguidamente se añadieron 0,5 gramos de TBHP (solución al 70%) en 2 gramos de agua y el producto de reacción se dejó enfriar a temperatura ambiente. Se añadió seguidamente una mezcla que comprendía 2 gramos de amoniaco en 2 gramos de agua para llevar el pH por encima de 7. El producto se filtró a través de un tamiz de 200 micrómetros y proporcionó una dispersión de polímero con un contenido de sólidos de 57% con una aparición de transición vítrea (medida con un colorímetro de exploración diferencial Shimadzu DSC-60) de -3 °C.

Ejemplo Comparativo 1

(Condensado de sulfonato de orto-cresol-formaldehído como en la solicitud australiana número 2003904725)

En un reactor de laboratorio de 5 litros de vidrio equipado con 1 línea de dosificación, un agitador mecánico de velocidad variable, un condensador de reflujo y un baño con agua se introdujeron 350 gramos de orto-cresol y la temperatura del contenido se elevó seguidamente a 85-95 °C durante 75 minutos. El contenido del reactor se enfrió nuevamente hasta 60 °C y se añadieron 1.400 gramos de agua. Seguidamente se dosificó una mezcla que comprendía 180 g de formaldehído (30% en agua) dosificada en el reactor durante 30 minutos y el contenido se calentó seguidamente a 85-95 °C durante 2,5 horas. El contenido del reactor se hizo gotear seguidamente en 3.850 gramos de agua y se neutralizó y se constituyó en la sal de calcio a pH 7 con un álcali apropiado.

A 3.400 gramos de la solución anterior se añadieron 7.000 gramos de dispersión de polímero preparada como en el ejemplo D1 y el producto final se secó por aspersion en un secador por aspersion "Niro production minor" fabricado por la empresa Niro Denmark reajustado con una boquilla "Nubilosa" fabricada por la empresa Nubilosa Germany. La temperatura de entrada era de 130 °C y la salida de aire se ajustó a un 50% máximo. Se midió talco fino en la corriente de aire a 2-3% basado en polímero sólido.

Ejemplo 1

(Ejemplo de la invención con 0,45 moles de urea por mol de ortocresol)

En un reactor de laboratorio de 5 litros de vidrio equipado con 1 línea de dosificación, un agitador mecánico de velocidad variable, un condensador de reflujo y un baño de agua se introdujeron 400 gramos de orto-cresol y se calentó a 40 °C. A 60 °C, se añadieron 600 gramos de ácido sulfúrico (98%) durante 40 minutos y la temperatura del contenido se elevó seguidamente a 85-95 °C durante 75 minutos. El contenido del reactor se enfrió nuevamente a 70 °C y se añadieron 250 gramos de agua, seguidos inmediatamente de 1.000 gramos de una solución acuosa de urea al 10%. Se añadió al reactor una mezcla que comprendía 500 gramos de formaldehído (30% en agua p/p) y el contenido se calentó seguidamente a 60-80 °C durante 1 hora adicional. El contenido del reactor se hizo gotear seguidamente en 5.000 gramos de agua y se neutralizó y se constituyó en forma de la sal de calcio a pH 7 con un álcali apropiado.

A 3.400 gramos de la solución anterior, se añadieron 7.000 gramos de dispersión de polímero preparada en el Ejemplo D1 y el producto final se secó por aspersion en un secador por aspersion "Niro production minor" fabricado por la empresa Niro Denmark reajustado con una boquilla "Nubilosa" fabricada por la empresa Nubilosa Germany. La temperatura de entrada era de 130 °C y la salida de aire se ajustó a un máximo de 50%. Se midió talco fino en la corriente de aire a 2-3% basado en el polímero sólido.

Ejemplo 2

(Ejemplo de la invención con melamina sulfometilada)

En un reactor de laboratorio de 6 litros de vidrio equipado con 1 línea de dosificación, un agitador mecánico de velocidad variable, un condensador de reflujo y un baño de agua se introdujeron 400 gramos de orto-cresol y se calentó a 40 °C. A 60 °C, se añadieron 600 gramos de ácido sulfúrico (98%) durante 40 minutos y la temperatura del contenido se calentó seguidamente a 85-95 °C durante 75 minutos. Al ácido ortocresol-sulfónico se añadieron mientras se agitaba 200 gramos de agua y 2.500 gramos de un precondensado fabricado haciendo reaccionar 3.800

gramos de agua, 500 gramos de melamina, 200 gramos de sosa cáustica (50% en agua), 1.200 gramos de solución de formaldehído (37%) y 400 gramos de metabisulfito de sodio reaccionados a 85 °C durante 2 horas. La solución se hizo gotear seguidamente en 1.000 gramos de agua.

- 5 A 3.400 gramos de la solución anterior se añadieron 7.000 gramos de dispersión de polímero preparada en el Ejemplo D1 y el producto final se secó por aspersion en un secador por aspersion "Niro production minor" fabricado por la empresa Niro Denmark reajustado con una boquilla "Nubilosa" fabricada por la empresa Nubilosa Germany. La temperatura de entrada era de 130 °C y la salida de aire se ajustó a un máximo de 50%. Se midió talco fino en la corriente de aire a 2-3% basado en polímero sólido.

Ejemplo Comparativo P1

- 10 Una mezcla de ensayo que comprende 400 gramos de cemento Portland blanco, 600 gramos de arena seca blanca y 150 gramos de polímero redispersable del Ejemplo Comparativo 1 se combinó y a esta mezcla se añadieron 180 gramos de agua y se extendió en forma de una suspensión sobre una película de polipropileno y se dejó secar durante 24 horas.

Observación 1: El producto mostró una excelente redispersabilidad al ser mezclado con agua.

- 15 Observación 2: La película mostró una excelente flexibilidad después del secado.

Observación 3: El color de la película era blanco apagado con manchas altamente coloreadas que mostraban indicios de lixiviación y escapes del polímero de condensación.

Ejemplo P1

- 20 Una mezcla de ensayo que comprende 400 gramos de cemento Portland blanco, 600 gramos de arena seca blanca y 150 gramos de polímero redispersable del Ejemplo 1 se combinó y a esta mezcla se añadieron 180 gramos de agua y se extendió en forma de una suspensión sobre una película de polipropileno y se dejó secar durante 24 horas.

Observación 1: El producto mostró una excelente redispersabilidad al mezclarse con agua.

Observación 2: La película mostró una excelente flexibilidad después de secar.

- 25 Observación 3: La película mostró un excelente color.

Ejemplo P2

- 30 Una mezcla de ensayo que comprende 400 gramos de cemento Portland blanco, 600 gramos de arena seca blanca y 150 gramos de polímero redispersable del Ejemplo 2 se combinó y a esta mezcla se añadieron 180 gramos de agua y se extendió en forma de una suspensión sobre una película de polipropileno y se dejó secar durante 24 horas.

Observación 1: El producto mostró una excelente redispersabilidad al mezclarse con agua.

Observación 2: La película mostró una excelente flexibilidad después de secar.

Observación 3: La película mostró un excelente color.

- 35 La referencia a cualquier técnica anterior en esta memoria descriptiva no es ni debe ser considerada un reconocimiento de cualquier forma de sugerencia de que esa técnica anterior forme parte del conocimiento general común en Australia.

REIVINDICACIONES

1. Un polvo de polímero redispersable, que incluye:
un polímero que va a ser redispersado; y
un producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo que incluye unidades que contienen N derivadas de un componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo durante la reacción de polimerización de condensación;
en que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es un ácido orto-cresol-sulfónico, un producto de condensación basado en N de aminoplasto-formaldehído o un producto de condensación mixto de ácido orto-cresol-sulfónico;
- 5 10 en el que menos de 0,5 moles del componente basado en N por mol de orto-cresol son incorporados en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo y
en el que las especies de peso molecular elevado (>10.000) son significativamente eliminadas del producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo.
- 15 2. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el componente basado en N es un material orgánico de base amino.
3. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 2, en el que el componente basado en N es melamina y/o urea.
4. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 3, en el que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es un producto de condensación basado en ácido orto-cresol-sulfónico/urea y/o un producto de condensación basado en ácido orto-cresol-sulfónico/urea y melamina.
- 20 5. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo está en una forma sulfometilada, sulfatada o sulfonatada.
- 25 6. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 5, en el que el componente basado en N sulfometilado, sulfatado o sulfonado es melamina sulfonatada con metabisulfito de sodio en formaldehído.
7. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es un ácido orto-cresol-sulfónico, un producto de condensación basado en N de aminoplasto-formaldehído que es fabricado mediante un método que incluye:
(i) sulfonatar orto-cresol con ácido sulfúrico; y
(ii) condensar el orto-cresol sulfonatado con el componente basado en N y formaldehído.
- 30 8. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el producto de condensación de orto-cresol o sal del mismo es un producto de condensación mixto de ácido orto-cresol-sulfónico que es fabricado mediante un método que incluye:
(i) sulfonatar orto-cresol con ácido sulfúrico bajo un ligero exceso de ácido sulfúrico; y
(ii) condensar el orto-cresol sulfonatado y el producto basado en N con un monómero compatible.
- 35 9. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 8, en el que el monómero compatible es fenol.
10. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo está en la forma de una sal.
11. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 10, en el que la sal es una sal de metal alcalino o una sal de metal alcalinotérreo.
- 40 12. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 11, en el que la sal es una sal de calcio, sal de sodio, sal de amonio, sal de amina orgánica o una combinación de las mismas.
13. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es añadido a un nivel de aproximadamente 1% a aproximadamente 30% en peso de producto de condensación basado en orto-cresol sólido o sal del mismo con relación a polvo de polímero sólido que va a ser redispersado, más preferentemente de aproximadamente 1% a aproximadamente 15%.
- 45 14. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el polímero que va a ser redispersado tiene una temperatura de transición vítrea por debajo de 50 °C.

15. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 14, en el que el polímero que va a ser redispersado es un polímero flexible que tiene una temperatura de transición vítrea por debajo de 5 °C.
- 5 16. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el polímero que va a ser redispersado se selecciona entre polímeros acrílicos puros, polímeros estireno-acrílicos, copolímeros de acetato de vinilo con acrilato de alquilo o etileno o maleatos y polímeros basados en estireno-butadieno.
- 10 17. Un polvo de polímero redispersable según la reivindicación 1, en el que el polímero que va a ser redispersado contiene dos o más monómeros seleccionados entre el grupo que consiste en estireno, metacrilato de metilo, acetato de vinilo, butadieno, acrilato de n-butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acrilato de isopropilo, propionato de vinilo, maleato de dibutilo, etileno, acrilato de terc-butilo, ácido metacrílico, ácido acrílico, acrilamida, metacrilamida y metacrilato de hidroxietilo.
- 15 18. Uso de un producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo que incluye unidades que contienen N derivadas de un componente basado en N incorporado en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo durante la reacción de polimerización de condensación en forma de un adyuvante de redispersión en un polvo de polímero redispersable, en el que el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo es un ácido orto-cresol-sulfónico, un producto de condensación basado en N de aminoplasto-formaldehído o un producto de condensación mixto de ácido orto-cresol-sulfónico, en el que menos de 0,5 moles del componente basado en N por mol de orto-cresol son incorporados en el producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo, y en que las especies de peso molecular elevado (>10.000) son significativamente eliminadas del producto de condensación basado en orto-cresol o sal del mismo.
- 20 19. Un producto que incluye, como un aglutinante, el polvo de polímero redispersable según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17.
20. Un producto según la reivindicación 19, en el que dicho producto se selecciona entre composiciones de fraguado hidráulico, adhesivos, composiciones de revestimiento y digestores de resinas sintéticas.
- 25 21. Uso de un polvo de polímero redispersable según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17 como un aglutinante para un producto.
22. Uso según la reivindicación 1, en el que el producto se selecciona entre composiciones de fraguado hidráulico, adhesivos, composiciones de revestimiento y digestores de resinas sintéticas.