

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 618 631**

51 Int. Cl.:

C08L 11/02 (2006.01)
C08K 5/10 (2006.01)
C08K 5/41 (2006.01)
C08L 33/04 (2006.01)
C09J 11/00 (2006.01)
C09J 111/02 (2006.01)
C09J 133/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.11.2010 PCT/JP2010/071227**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **03.06.2011 WO2011065524**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2010 E 10833368 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017 EP 2508560**

54 Título: **Composición de látex de polímero de cloropreno y utilización de la misma**

30 Prioridad:

30.11.2009 JP 2009271802

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.06.2017

73 Titular/es:

**SHOWA DENKO K.K. (100.0%)
13-9, Shiba Daimon 1-chome Minato-ku
Tokyo 105-8518**

72 Inventor/es:

**MINORIKAWA NAOKI;
TAKENOSHITA YOUICHIRO y
SUZUKI ERIKA**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 618 631 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

Composición de látex de polímero de cloropreno y utilización de la misma.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a una composición de látex de un polímero de cloropreno que presenta una fuerza de adhesión inicial mejorada y que resulta excelente en la adhesión por contacto, y propiedades de recubrimiento mediante pulverización y estabilidad durante el almacenamiento.

10 Específicamente, la presente invención se refiere a una composición de látex de un polímero de cloropreno que resulta adecuado para la utilización para un adhesivo acuoso del tipo un solo líquido para unir espumas o una espuma y un material de madera entre sí, siendo por lo menos uno de ellos un material flexible, en particular para muebles y materiales de construcción, y presenta un buen equilibrio entre una fuerza de adhesión inicial elevada, adhesión por contacto y una estabilidad elevada durante el almacenamiento.

15 **Antecedentes de la técnica**

20 Convencionalmente, se han utilizado como polímero para adhesivos un polímero de acetato de vinilo, un polímero de cloropreno, un polímero de éster acrílico, caucho natural, un polímero de uretano y similares. En particular, se ha utilizado convenientemente un polímero de cloropreno para adhesivos tales como los adhesivos de contacto con base de solvente y los adhesivos para injertos, ya que puede obtenerse una elevada fuerza adhesiva con unión a baja compresión para una amplia diversidad de adherentes. Sin embargo, la regulación de las emisiones de compuestos orgánicos volátiles (COV) y la reglamentación en materia de solventes han sido más severas durante los últimos años considerando la reciente contaminación ambiental y la salud humana además del peligro de inflamación en entornos laborales y el coste de los equipos especiales para la emisión y recolección dotados para hacer frente a estos riesgos. Los adhesivos acuosos con látex de cloropreno se han desarrollado crecientemente con el fin de eliminar los solventes. Sin embargo, debido a la fuerte necesidad de un buen rendimiento de unión, se ha señalado el problema de los adhesivos acuosos de que presentan una fuerza adhesiva inferior a la de los convencionales con base de solvente.

35 En consecuencia, con el fin de satisfacer las cada vez más complejas necesidades de mejora de la fuerza adhesiva, particularmente la fuerza adhesiva inicial, se ha considerado la mezcla de una pluralidad de tipos de látex de polímero para complementar las desventajas de cada polímero (por ejemplo el documento de patente nº 1: JP10-195406A). Sin embargo, debido a que el intervalo de pH al que es estable un látex de polímero es diferente según cada polímero y las propiedades del mismo, los polímeros no pueden mezclarse en una selección y combinación arbitraria.

40 Como medio para resolver el problema, el documento de patente nº 2 (JP55-149363A, patente US nº 4.479.840) da a conocer una innovación de un dispositivo en el que se separan dos tipos de líquido inmediatamente antes de utilizar para el recubrimiento, los cuales se introducen en un sistema de recubrimiento conjuntamente con un agente gelificante, tal como una solución acuosa de sal metálica para el recubrimiento mediante mezcla física y se fuerza su precipitación en solución hipersalina ("salting out") en una parte de pistola pulverizadora.

45 Sin embargo, dicha aplicación en dos líquidos requiere un complicado control de calidad, por ejemplo el mantenimiento de una proporción constante de la mezcla, y presenta muchos problemas mecánicos, tales como las obstrucciones. Debido a que la demanda de un adhesivo de tipo de un solo líquido es fuerte, se han realizado diversos intentos para satisfacerla por parte de los proveedores de adhesivos. Por ejemplo, el documento de patente nº 3 (JP2004-43666A) propone equilibrar la adhesión y la estabilidad de almacenamiento mediante la combinación de aminoácidos y sales inorgánicas específicas, aunque ello está destinado básicamente sólo a mitigar las pérdidas en el equilibrio y no es una solución fundamental.

55 El polímero de cloropreno presenta una buena calificación en el aspecto de que la fuerza adhesiva se manifiesta rápidamente debido a la elevada tasa de cristalización. Sin embargo, al utilizarlo como composición para un adhesivo soluble en agua de tipo de un solo líquido, resulta inevitable que el polímero de cloropreno se mezcle con otros tipos de polímero en un esfuerzo por compensar sus propiedades insuficientes, tales como la adhesión de contacto y la fuerza adhesiva inicial.

60 A título de ejemplo de la técnica anterior referente a una composición de látex de polímero de cloropreno, el documento de patente nº 1 anteriormente indicado da a conocer un método para mezclar una emulsión de resina acrílica o una emulsión de resina de uretano con el fin de producir adhesión de contacto. Sin embargo, debido a las diferencias en el intervalo de pH al que cada una de las composiciones es estable, no se ha conseguido una estabilidad de almacenamiento suficiente en forma de composición de adhesivo soluble en agua de tipo de un solo líquido mediante la simple mezcla, la adición de un surfactante aniónico ordinario, la adición de un surfactante no iónico o una combinación de los mismos. El documento de patente nº 4 (JP2007-332207A) da a conocer una técnica de incorporación de sulfato de éter polioxialquilenalquílico y un ajustador del pH en un adhesivo de policloropreno

65

soluble en agua que presenta una fuerza adhesiva inicial y presenta excelentes estabilidad mecánica y propiedades de pulverización. El documento enseña en el párrafo [0016] que el adhesivo muestra una buena fuerza inicial sólo tras ajustar el pH del látex de policloropreno en el intervalo de 7 a 10 utilizando un ajustador de pH. El documento de patente nº 4 no da a conocer la utilización de una emulsión acrílica en combinación ni tampoco sugiere que una sal alquil-éter de polioxialquileo presente un efecto sobre la estabilidad de almacenamiento del látex de policloropreno que contiene una emulsión acrílica.

Documentos de la técnica anterior

10 Documento de patente nº 1: JP10-195406A
 Documento de patente nº 2: JP55-149363A
 Documento de patente nº 3: JP2004-43666A
 Documento de patente nº 4: JP2007-332207A

15 Exposición de la invención

Problemas que debe resolver la invención

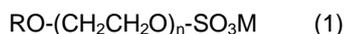
20 La presente invención proporciona una composición de polímero de cloropreno adecuada para la utilización para un adhesivo soluble en agua de un solo líquido en la que se ha equilibrado la fuerza adhesiva inicial, la adhesión de contacto, la estabilidad durante el almacenamiento y las propiedades de recubrimiento mediante pulverización.

Medios para resolver el problema

25 Como resultado de estudios intensivos para resolver el problema anteriormente indicado, los presentes inventores han encontrado que el problema puede resolverse mezclando una emulsión acrílica específica y un surfactante específico en un látex de polímero de cloropreno. Es decir, la presente invención incluye las formas de realización siguientes:

30 [1] Una composición de látex de polímero de cloropreno que contiene (A) 60% a 95% en masa (en términos de contenido sólido) de un látex de polímero de cloropreno, (B) 5% a 40% en masa (en términos de contenido sólido) de un látex de resina acrílica que contiene polímeros acrílicos con una temperatura de transición vítrea de entre -50°C y 0°C, y (C) un surfactante representado por la fórmula (1).

35 [Ec. quím. 1]



40 (En la fórmula, R representa un grupo alquilo alifático con una media de 5 a 20 átomos de carbono; M representa sodio o amonio y n (valor medio) es un valor de entre 2 y 60) en una proporción de 0,02 a 5 partes en masa (en términos de contenido sólido) de (C) respecto a 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de (A) y (B).

45 [2] La composición de látex de polímero de cloropreno tal como se ha descrito en [1] anteriormente, en la que el polímero de cloropreno que constituye (A), la composición de látex de polímero de cloropreno tal como se ha indicado anteriormente es un homopolímero de cloropreno, un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno o una mezcla de homopolímero de cloropreno y copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno.

50 [3] La composición de látex de polímero de cloropreno tal como se indica en [1] o [2], anteriormente, en la que el contenido de gel en el látex de polímero de cloropreno (insoluble en tetrahidrofurano) es de 60% en masa o menos; el peso molecular medio en peso de materias solubles en tetrahidrofurano en el polímero de cloropreno es de entre 300000 y 1100000 y la distribución de pesos moleculares (PM/Mn) se encuentra comprendida en el intervalo de 2,0 a 4,5.

55 [4] La composición de látex de polímero de cloropreno tal como se indica en cualquier de entre [1] y [3], anteriormente, en la que la conversión de polimerización de material monómero a polímero de cloropreno en (A) el látex de polímero de cloropreno es de 65% en masa o superior e inferior a 95% en masa.

60 [5] La composición de látex de polímero de cloropreno tal como se indica en cualquiera de [1] a [4], anteriormente, en la que la viscosidad del látex de resina acrílica (B) anteriormente indicado medida con un viscosímetro de tipo B es de 1000 mPa·s o inferior.

65 [6] La composición de látex de polímero de cloropreno tal como se describe en cualquiera de [1] a [5], anteriormente, que contiene además 5 a 20 partes en masa de plastificador de éster de ácido dibásico

respecto a 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de los anteriormente indicados (A) látex de polímero de cloropreno y (B) el látex de resina acrílica.

5 [7] Un adhesivo soluble en agua de tipo de un solo líquido que comprende la composición de látex de polímero de cloropreno tal como se describe en cualquiera de [1] a [6], anteriormente.

Efectos de la invención

10 La composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención resulta útil como composición para un adhesivo soluble en agua de tipo de un solo líquido debido a que mantiene una rápida tasa de cristalización que resulta inherente a un látex de polímero de cloropreno, consiguiendo simultáneamente una mejora de la fuerza adhesiva inicial y la adhesión de contacto sin reducir la estabilidad de almacenamiento y las propiedades de recubrimiento mediante pulverización. En particular, resulta adecuado para adhesivos, por ejemplo entre dos espumas de poliuretano o entre una espuma de poliuretano y madera/paño, utilizada para muebles, en el caso de que por lo menos uno de los dos adhesivos que debe unirse sea flexible.

Modo para llevar a cabo la invención

20 La presente invención se describe en detalle tal como posteriormente.

La composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención contiene: (A) un látex de polímero de cloropreno, (B) un látex de resina acrílica que contiene polímeros acrílicos que presentan una temperatura de transición vítrea de entre -50°C y 0°C, y (C) un surfactante específico en una proporción predeterminada.

25 Conservando simultáneamente la ventaja de la expresión de la propiedad adhesiva que es inherente al látex de polímero de cloropreno, es decir, una rápida tasa de cristalización, los presentes inventores estudiaron intensamente un método para equilibrar la mejora de su fuerza adhesiva inicial que resulta insuficiente para la utilización como composición acuosa adhesiva de tipo de un solo líquida y la capacidad de almacenamiento de la misma.

30 En consecuencia, los presentes inventores encontraron que la fuerza adhesiva inicial del látex de polímero de cloropreno puede mejorarse mediante la unión de una emulsión específica de resina acrílica con el látex de polímero de cloropreno, y la desestabilización en el sistema causada por la unión de la emulsión de resina acrílica puede suprimirse sin perjudicar la fuerza adhesiva mediante la adición de un surfactante específica para llevar a cabo la presente invención. La composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención es diferente de la del documento de patente nº 4 en términos de composición debido a que no resulta necesario el ajustador del pH en la presente invención, y el concepto técnico para resolver los problemas en la presente invención también resulta diferente del concepto del documento nº 4.

(A) Látex de polímero de cloropreno

40 No existe ninguna limitación particular del látex de polímero de cloropreno como ingrediente principal de la composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención y con el fin de diseñar la composición de manera que pueda mostrar propiedades superiores de adhesión de contacto, adhesión resistente al calor y resistencia al agua, resulta deseable que el látex de cloropreno cumpla los requisitos siguientes. Es decir: (1) que el contenido de gel (materias insolubles en tetrahidrofurano medidas mediante el método descrito en los ejemplos) del polímero de cloropreno que constituye el látex de polímero de cloropreno sea de 60% en masa o inferior, y (2) las materias solubles en tetrahidrofurano en el látex de polímero de cloropreno presenta un peso molecular medio en peso de entre 300000 y 1100000 y una distribución molecular (Pm/Mn) en el intervalo de 2,0 a 4,5.

50 No existe ninguna limitación del método para producir un látex de polímero de cloropreno y preferentemente se utiliza la polimerización en emulsión. En particular, la polimerización en emulsión acuosa puede utilizarse industrialmente. Como emulsionante en el método de polimerización en emulsión, resulta preferible un emulsionante aniónico. En particular, utilizando la sal potásica o la sal sódica del ácido resínico o una combinación de las mismas, el estado coloidal resulta estable en el intervalo de pH de 10 a 13. En el caso de que el valor del pH sea inferior a 10, las partículas coloidales se desestabilizan y se agregan, no consiguiendo formar una capa de adhesión uniforme, lo que probablemente resultará en un deterioro de la propiedad adhesiva. En el caso de que el valor del pH exceda de 13, se incrementa la fuerza iónica, que tiende a provocar la agregación de las partículas coloidales. El uso de emulsionante preferentemente es de entre 1% y 8% en masa respecto a 100% en masa del monómero, más preferentemente de entre 2% y 5% en masa. En el caso de que el uso sea inferior a 1% en masa, es probable que conduzca a una emulsión defectuosa y dar lugar a un problema, tal como un menor control del calor de polimerización, la generación de agregados y la apariencia defectuosa del producto. En el caso de que el uso exceda el 8% en masa, conduce a la degradación de la resistencia al agua del polímero debido al emulsionante residual, lo que puede dar lugar a problemas tales como la reducción de la fuerza adhesiva, la formación de espuma durante el procedimiento de secado y el deterioro del tono del color del producto.

65

Además, puede utilizarse en combinación un emulsionante, tal como sulfonato de dodecilbenceno, incluyendo dodecilbenceno-sulfonato sódico y dodecilbencén-sulfonatetraetanolamina; sulfonato de éter difenílico, incluyendo sulfonato de éter difenílico sódico y sal amónica de sulfato de éter difenílico, y sulfonato de naftaleno, incluyendo la sal sódica de condensado de sulfonato de β -naftaleno y formaldehído. Además, un adyuvante de emulsión no iónico, tal como éter polioxietilén-nonilfenílico, éter polioxietilén-octilfenílico y éter polioxietilén-laurílico pueden utilizarse en combinación. La utilización de dichos emulsionantes preferentemente es de entre 0,05% y 1% en masa respecto a 100% en masa del monómero, más preferentemente de entre 0,1% y 0,5% en masa. En el caso de que el uso sea inferior a 0,05% en masa, podría producirse una dispersión incompleta, que podría provocar problemas tales como la generación de agregados y la apariencia defectuosa del producto. En el caso de que el uso exceda 1% en masa, conduce a la degradación de la resistencia al agua del polímero debido al emulsionante residual, que puede provocar problemas tales como una pegajosidad y fuerza adhesiva reducidas, y la formación de espuma durante el procedimiento de secado y el deterioro del tono de color del producto.

El polímero de cloropreno que constituye el látex de polímero de cloropreno puede ser un monómero de cloropreno, y también pueden utilizarse copolímeros que incluyen cloropreno y otros monómeros copolimerizables, tales como 2,3-dicloro-1,3-butadieno, 1-cloro-1,3-butadieno, butadieno, isopreno, estireno, acrilonitrilo, ácido acrílico y éster del mismo, ácido metacrílico y éster del mismo en un cantidad que no interfiera con los efectos de la invención. Específicamente, los copolímeros que contienen 2,3-dicloro-1,3-butadieno, 1-cloro-1,3-butadieno, butadieno, isopreno, estireno, acrilonitrilo, éster de ácido acrílico o éster de ácido metacrílico se encuentran comprendidos en el intervalo de entre 0,01% y 20% en masa y que contiene ácido acrílico o ácido metacrílico dentro del intervalo de entre 0,01% y 7% en masa, respectivamente. Pueden utilizarse dos o más monómeros que constituyen el copolímero según se requiera, y también pueden unirse dos o más tipos de polímero. Entre ellos, el polímero de cloropreno preferible que constituye el látex de polímero de cloropreno es homopolímero de cloropreno, el copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno o una mezcla de homopolímero de cloropreno y copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno en vista de la expresión de una fuerza adhesiva elevada. En el caso de que dicho otro monómero copolimerizable se utilice en combinación con cloropreno, en el caso de que el contenido de la otra unidad de monómero copolimerizable sea superior a 20% en masa, no resulta preferible debido a que deteriora la fuerza adhesiva inicial y la adhesión de contacto.

Como agente de transferencia de cadena para ajustar el peso molecular y la distribución de pesos moleculares, puede utilizarse disulfuro de dialquixantógeno, alquilmercaptano y similares, pero no se encuentra particularmente limitado a ellos. Sin embargo, el alquilmercaptano resulta más preferible ya que el disulfuro de dialquixantógeno desestabiliza el extremo del polímero y se convierte en sitio activo para el entrecruzamiento, dificultando de esta manera el control del peso molecular y el contenido de gel.

Entre los ejemplos de disulfuro de dialquixantógeno se incluyen disulfuro de diisopropilxantógeno, disulfuro de dietilxantógeno, disulfuro de dicitlohexilxantógeno, disulfuro de dilaurilxantógeno y disulfuro de dibencilxantógeno, y entre los ejemplos de alquilmercaptano se incluyen n-dodecilmercaptano, n-decilmercaptano y octilmercaptano. Pueden utilizarse en combinación dos o más de los agentes de transferencia de cadena.

La conversión de polimerización del material monómero en el polímero de cloropreno en el látex de polímero de cloropreno no se encuentra básicamente limitado, sino que preferentemente es de 65% en masa o superior e inferior a 95% en masa. La conversión de polimerización inferior a 65% puede reducir el contenido de sólidos del látex de polímero, que no sólo supone una carga sobre la etapa de secado tras aplicar un adhesiva y dificulta la formación uniforme del adhesivo, sino que también provoca problemas tales como olor, debido al monómero residual y el deterioro de la pegajosidad y la fuerza adhesiva. En el caso de que la conversión de polimerización sea de 95% en masa o superior, puede incrementar las ramificaciones en el polímero o el peso molecular, produciendo de esta manera una distribución más amplia de pesos moleculares y puede provocar problemas de deterioro del adhesivo de contacto y de la resistencia al agua que resultan características críticas de la presente invención. En el caso de que se utilice polímero con una conversión de 95% en masa o superior, resulta preferible utilizarlo como componente auxiliar del polímero con una conversión inferior a 95% en masa. La conversión de polimerización (% en masa) se calcula como $[(\text{masa de polímero}/\text{total de masa de monómero}) \times 100]$.

Un polímero de cloropreno puede polimerizarse dentro de un intervalo de temperaturas de 5°C a 45°C. Como iniciador de polimerización puede utilizarse un iniciador de polimerización radical ordinario. Por ejemplo, en el caso de la polimerización en emulsión, puede utilizarse peróxido orgánico o inorgánico común, tal como peróxido de benzoilo, persulfato potásico y persulfato amónico, y un compuesto azo, tal como azobis-isobutironitrilo. Además, puede utilizarse un promotor tal como sulfonato de antraquinona, sulfito potásico y sulfito sódico en combinación según resulte apropiado.

Generalmente, en la producción de un polímero de cloropreno, se termina la reacción de polimerización mediante la adición de un terminador de polimerización en el momento en que se alcanza una conversión deseada con el fin de obtener un polímero con un peso molecular y distribución de pesos moleculares deseados. El terminador de polimerización no se encuentra particularmente limitado, y entre los ejemplos se incluyen fenotiazina, p-t-butilcatecol, hidroquinona, monometil-éter de hidroquinona y dietilhidroxilamina.

La concentración del contenido de sólidos de la emulsión de polímero de cloropreno en el látex de polímero de cloropreno no se encuentra particularmente limitado, y habitualmente es de entre 40% y 65% en masa. La proporción de emulsión de polímero de cloropreno a composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención es de entre 60% y 95% en masa en términos de contenido de sólido. En el caso de que la proporción sea inferior al 60% en masa o superior al 95% en masa, la composición de látex de polímero de cloropreno no producirá ningún efecto sinérgico en el caso de que contenga una emulsión de polímero de resina acrílica tal como se menciona posteriormente, y la fuerza adhesiva será baja.

Debido a que el polímero de cloropreno generalmente es susceptible al deterioro por el oxígeno, resulta preferible utilizar un estabilizador tal como un antioxidante y un receptor de ácido según resulte apropiado en la presente invención en un intervalo con el que no interfieran con el efecto de la invención.

Mediante la mezcla de un receptor de ácido en 0,01% a 5% en masa y un antioxidante en 0,1% a 3% en masa con el polímero de cloropreno, se consigue una composición que presenta una estabilidad temporal en términos de flexibilidad de la película entrecruzada. En el caso de que un material utilizado para la mezcla con el látex de polímero de cloropreno resulte insoluble en agua o desestabilice el estado coloidal del látex de polímero, se preparó una dispersión acuosa previamente y después se añadió al látex de polímero.

El receptor de ácido mezclado en el látex de polímero de cloropreno no se encuentra particularmente limitado, y entre los ejemplos específicos se incluyen óxido de cinc e hidrotalcita (producida por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.; DHT-4A, DHT-6 y similares). Pueden utilizarse dos o más de ellos en combinación. La cantidad aditiva de dichos receptores de ácido preferentemente es de entre 0,01% y 5% en masa, más preferentemente de entre 0,05% y 1% en masa respecto al contenido de sólidos del látex de polímero de cloropreno (polímero de cloropreno). Con la cantidad aditiva inferior a 0,01% en masa, el ácido clorhídrico eliminado, generado por el polímero tras utilizarse como composición de adhesivo no puede neutralizarse totalmente. Simultáneamente, la cantidad aditiva que excede de 5% en masa deteriora la pegajosidad y la fuerza adhesiva. También reduce la estabilidad coloidal de la composición de látex de polímero y tiende a provocar un problema, tal como la sedimentación.

(B) Látex de resina acrílica que contiene polímero acrílico con una temperatura de transición vítrea de entre -50°C y 0°C.

Se preparó una composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención mediante la mezcla de un látex de resina acrílica y un surfactante y similar al látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado. Sin embargo, la mezcla de un látex de polímero de cloropreno y un látex de resina acrílica deteriora la estabilidad coloidal, y en el caso de combinación incompatible del látex de polímero de cloropreno y el látex de resina acrílica, tiende a producirse agregación. El látex de resina acrílica libre de problemas, tales como la agregación y la sedimentación, se describe posteriormente.

El látex de resina acrílica que contiene polímeros acrílicos con una temperatura de transición vítrea de entre -50°C y 0°C utilizado en la presente invención comprende principalmente éster de ácido (met)acrílico y comprende además una emulsión de resina que se obtiene mediante (co)polimerización de un monómero que contiene un grupo funcional, un monómero que contiene un grupo entrecruzable a temperatura ordinaria y/o otro monómero copolimerizable, según resulte necesario.

Entre los ejemplos típicos de éster de ácido (meta)acrílico se incluyen (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de glicidilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de estearilo y (met)acrilato de bencilo. Pueden utilizarse individualmente o en combinación de dos o más tipos.

Entre los ejemplos típicos de monómeros que contienen grupo funcional se incluyen ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido itacónico, 2-hidroxietilo y (met)acrilato, y pueden utilizarse individualmente o en combinación de dos o más tipos. El contenido de la unidad monómero que contiene un grupo funcional en el copolímero es preferentemente de 7% en masa o inferior y más preferentemente de 5% en masa o inferior. En el contenido de que el contenido exceda de 7% en masa, el copolímero se torna inestable y se gelifica con facilidad.

Entre los ejemplos típicos de monómeros que contienen un grupo entrecruzable a temperatura ordinaria se incluyen dihidrazida adipica, dihidrazida de ácido glutárico, dihidrazida de ácido isoftálico, dihidrazida oxálico y dihidrazida malónico, y pueden utilizarse individualmente o en combinación con dos o más tipos. El contenido de la unidad monomérica que contiene un grupo entrecruzable a temperatura ordinaria preferentemente es de 10% en masa o inferior en el componente polímero que constituye la emulsión de resina acrílica. En el caso de que el contenido sea superior a 10% en masa, reduce el efecto para mejorar la fuerza adhesiva inicial.

Entre los ejemplos específicos de otros monómeros copolimerizables se incluyen (met)acrilonitrilo, estireno, acetato de vinilo y alcohol alílico, y pueden utilizarse individualmente en combinación con dos o más tipos. El contenido de otra unidad de monómero copolimerizable en el copolímero preferentemente es de 10% en masa o inferior en el componente polímero que constituye la emulsión de resina acrílica, y más preferentemente de 5% en masa o

inferior. En el caso de que el contenido exceda el 10% en masa, el copolímero se torna inestable y se gelifica con facilidad.

Puede producirse un látex de resina acrílica mediante un método conocido de polimerización en emulsión utilizando el componente monomérico anteriormente indicado. La temperatura de transición vítrea (medida mediante el método descrito en los Ejemplos) de la resina acrílica en el látex de resina acrílica es de entre -50°C y 0°C y preferentemente es de entre -45°C y -10°C. En el caso de que la temperatura sea inferior a -50°C, se deteriora la fuerza adhesiva termorresistente conjuntamente con una reducción de la fuerza de agregación. Por otra parte, en el caso de que la temperatura exceda 0°C, reduce la pegajosidad y conduce a un deterioro significativo de la fuerza adhesiva inicial y de la adhesión de contacto.

Como látex de resina acrílica, pueden utilizarse disponibles comercialmente tales como Nikasol FX2555A (fabricada por Nippon Carbide Industries Co., Inc.), Nipol LX820A (fabricada por Zeon Corporation), Nipol LX874 (fabricado por Zeon Corporation).

La concentración del contenido de sólidos de la emulsión de polímero de resina acrílica del látex de resina acrílica no se encuentra particularmente limitada y habitualmente es de entre 40% y 65% en masa. La proporción de emulsión de polímero de resina acrílica a la composición total de látex de polímero de cloropreno de la presente invención es de entre 5% y 40% en masa en términos de contenido de sólidos. En el caso de que la proporción sea inferior a 5% en masa o superior a 40% en masa, no producirá ningún efecto sinérgico mediante la mezcla de la emulsión de polímero de resina acrílica en el látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado y la fuerza adhesiva resulta particularmente baja.

La viscosidad del látex de resina acrílica utilizado en la presente invención no se encuentra particularmente limitada, pero preferentemente es de 1000 mPa·s o inferior desde el punto de vista de la manipulabilidad de la mezcla. La viscosidad se mide con un viscosímetro de tipo B (tipo BM fabricado por Tokyo Keiki Inc.) utilizando un rotor de nº 2 a 25°C.

(C) Surfactante

Un surfactante utilizado en la presente invención está representado por la fórmula (1).

[Ec. quím. 2]



En la fórmula, R representa un grupo alquilo alifático con un número medio de átomos de carbono de entre 5 y 20, M representa sodio o amonio y n (valor medio) es un valor de entre 2 y 60.

R no presenta ninguna limitación con respecto a la ramificación con la condición de que un grupo alquilo alifático presente un número medio de átomos de carbono de entre 5 y 20, y puede ser lineal o ramificado. En el caso en que R del surfactante sea una mezcla de grupos de alquilo alifático con un número diferente de átomos de carbono, la "media" del número medio de átomos de carbono se refiere al número medio de los mismos. A título de ejemplo, en el caso de que el surfactante comprenda una mezcla de 30% en masa de grupos de alquilo alifático con 6 átomos de carbono, 40% en masa de grupos de alquilo alifático con 8 átomos de carbono y 30% en masa de grupos de alquilo alifático con 12 átomos de carbono, la media es de $6 \times 0,3 + 8 \times 0,4 + 12 \times 0,3 = 8,6$. Con la condición de que la media determinada mediante el cálculo tal como se ha indicado anteriormente sea de entre 5 y 20, los grupos de alquilo alifático con un número de átomos de carbono inferior a 5 o superior a 20 pueden incluirse parcialmente en el surfactante. Puede utilizarse un surfactante en el que n sea de entre 2 y 60, y n preferentemente es un número entre 5 y 60 y más preferentemente de entre 10 y 50. En el caso de que el surfactante comprenda una mezcla de grupos oxietileno con diferentes n, "medio" en "n (valor medio)" se refiere al número medio de los mismos. Entre los ejemplos en los que M es amonio se incluyen NH_4 y trietanol-amonio $(\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3)$.

Entre los ejemplos específicos (productos disponibles comercialmente) de un surfactante que satisface la fórmula (1) se incluyen la serie Newcol 1020-SN, 2308-SF, 2320-SN, 2360-SN, 1305-SN, 1330-SF fabricados por Nippon Nyukazai Co., Ltd., o la serie Latemul E-118B, E-150, WX; la serie Emal 20C, D-3-D y 20T fabricados por Kao Corporation a modo de ejemplos típicos, aunque no se encuentran limitados a los mismos. Habitualmente pueden obtenerse en forma de una mezcla de estructuras similares, y puede utilizarse la mezcla de una pluralidad de tipos de surfactantes disponibles comercialmente. Incluso en ese caso, la cantidad añadida se determina a partir de la cantidad total en términos de contenido de sólidos.

La cantidad añadida del surfactante específico representado por la fórmula (1) en la presente invención se encuentra comprendida en el intervalo de entre 0,02 y 5 partes en masa (en términos de contenido de sólidos) respecto a 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de (A) látex de polímero de cloropreno y (B) látex de resina acrílica, tal como se ha indicado anteriormente. En el caso de que la cantidad añadida sea inferior a 0,02 partes en masa, no puede obtenerse una estabilidad de almacenamiento suficiente, y en el caso de que la cantidad añadida sea de 5

partes en masa o superior, no sólo resulta en el deterioro de la fuerza adhesiva entre sí, sino que provoca un incremento no habitual de la viscosidad en algunos casos. El contenido de agua en 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de látex de polímero de cloropreno y látex de polímero acrílico habitualmente es de entre 30 y 70 partes en masa y preferentemente de entre 40 y 60 partes en masa.

En caso necesario, pueden encontrarse contenidos en el látex de polímero de cloropreno de la presente invención otros componentes diferentes de los componentes (A), (B) y (C) anteriormente indicados. Aunque (D), el plastificador de éster de ácido dibásico, no es un componente esencial, la adición de la cantidad más pequeña resulta deseable para la expresión de fuerza adhesiva inicial y la adhesión de contacto, en la medida en que lo permitan las circunstancias. El plastificador éster de ácido dibásico preferentemente se encuentra contenido en una cantidad de entre 5 y 20 partes en masa por cada 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de: (A) el látex de polímero de cloropreno, y (B) el látex de resina acrílica, y más preferentemente 10% en masa o menos respecto al contenido de sólidos del látex de polímero de cloropreno (polímero de cloropreno). Entre los ejemplos específicos se incluyen ftalato de dialquilo, adipato de dialquilo y sebacato de dialquilo.

En la utilización como adhesivo con frecuencia se reconocen como problemas el cambio de color y el estado higiénico del adhesivo adherente rebosando los bordes (línea de encolado). Por lo tanto, resulta preferible que la composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención contenga: (E) antioxidante y preferentemente se utiliza un antioxidante de fenol impedido. Entre los ejemplos de antioxidante de fenol impedido se incluye 2,2'-metileno-bis(4-etil-6-terc-butilfenol), 2,2'-metileno-bis(4-metil-6-terc-butilfenol), 4,4'-butilidén-bis(3-metil-6-terc-butilfenol), un producto de reacción butilado de p-cresol y dicitlopentadieno. La cantidad añadida de (E), el antioxidante, preferentemente es de entre 0,1% y 3% en masa respecto a 100 partes en masa del contenido de sólidos del látex de polímero de cloropreno, más preferentemente de entre 0,5% y 2% en masa. La cantidad añadida inferior a 0,1% en masa no puede proporcionar suficiente protección frente a la oxidación, mientras que una cantidad añadida superior a 3% en masa puede deteriorar la pegajosidad y fuerza adhesiva y no resulta deseable.

En la composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención, pueden añadirse otros aditivo diferentes de los indicados anteriormente dentro de un intervalo de manera que los aditivos no interfieran con los efectos de la presente invención. Es decir, pueden utilizarse según resulte apropiado un relleno, un fijador, un pigmento, un agente colorante, un hidratante, un desespumante, un espesante y similares. También puede mezclarse complementariamente otra emulsión de resina al máximo de 10% en masa (en términos de contenido de sólidos) en las composiciones. Son ejemplos específicos de emulsiones de resina: acetato de vinilo (modificado), mezcla de acetato de vinilo y ácido acrílico, mezcla de ácido acrílico y estireno, uretano y similares.

El método de preparación del látex de polímero de cloropreno de la presente invención no se encuentra particularmente limitado, aunque, en el caso de que el pH sea inferior a 10, se desestabiliza el coloide del componente polímero de cloropreno. Debido a que el pH del látex de resina acrílica y un surfactante (solución acuosa) habitualmente es de entre 6,5 y 8, la mezcla preferentemente se lleva a cabo en el orden indicado posteriormente. En primer lugar se añade el surfactante representado por la fórmula (1) al látex de polímero de cloropreno y se mezcla el látex de resina acrílica a la composición. Resulta preferible que se añadan los componentes auxiliares respectivos en forma de dispersión acuosa.

Entre los ejemplos de adherente adecuado para la unión en la presente invención se incluyen espumas que comprenden materiales tales como poliuretano, copolímero de etileno-acetato de vinilo y polietileno, o materiales absorbentes del agua, tales como madera, paño y tejidos.

La composición de látex de polímero de cloropreno producida bajo las condiciones indicadas anteriormente resulta prácticamente útil como adhesivo acuoso de tipo de un solo líquido que proporciona una fuerza adhesiva inicial, adhesión de contacto, resistencia al agua, propiedades de recubrimiento mediante pulverización y estabilidad de almacenamiento superiores.

Ejemplos

A continuación en la presente memoria se describe la presente invención en mayor detalle en referencia a ejemplos y ejemplos comparativos, pero no debería interpretarse como limitada a los mismos.

Preparación de látex de polímero de cloropreno (A-1):

Utilizando un reactor con revestimiento de vidrio de temperatura ajustable con un volumen interno de 38 litros, se disolvieron uniformemente 18 g de n-dodecilmcaptano y 310 g de ácido resínico desproporcionado (ácido deshidroabiético), y se añadió a lo anterior una solución acuosa en la que se habían disuelto 54 g de hidróxido sódico, 126 g de hidróxido potásico y 90 g de condensado de formaldehído de naftalenosulfonato sódico, en 13,5 kg de agua pura, seguido de la emulsificación utilizando paletas de agitación para la emulsificación a 1800 rpm durante 20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno a 25°C. Lo resultante se polimerizó para conseguir la conversión de polimerización de 78%, introduciendo simultáneamente una solución acuosa de 0,3% en masa de persulfato potásico a 15°C y se utilizó la fenotiazina para terminar la reacción. El polímero se sometió a destilación al vapor

para eliminar monómeros residuales y se condensó hasta alcanzar un contenido de sólidos de 58% en masa, obteniendo de esta manera el látex de polímero de cloropreno (A-1).

Preparación de látex de polímero de cloropreno (A-2):

5 Utilizando los mismos equipos utilizados en la preparación del látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado (A-1), se disolvió uniformemente 19,8 kg de monómero de cloropreno, 200 g de 2,3-diclorobutadieno, 40 g de disulfuro de diisopropilxantógeno y 340 g de ácido resínico desproporcionado (ácido deshidroabiético) y se
10 añadió a lo anterior una solución acuosa a la que se habían añadido 220 g de hidróxido potásico y 100 g de condensado en formaldehído de naftalenosulfonato sódico, en 11 kg de agua pura, seguido de emulsificación utilizando paletas de agitación para la emulsificación a 1800 rpm durante 20 minutos bajo un atmósfera de nitrógeno a 38°C. Lo resultante se polimerizó para alcanzar la conversión de polimerización de 95% en masa, añadiendo
15 simultáneamente una solución acuosa de 1% en masa de persulfato potásico a 35°C, y se utilizó fenotiazina para terminar la reacción. El polímero se sometió a destilación al vapor para eliminar los monómeros residuales y se condensó hasta alcanzar un contenido de sólidos de 57% en masa para obtener de esta manera el látex de polímero de cloropreno (A-2).

Preparación de látex de polímero de cloropreno (A-3):

20 Utilizando los mismos equipos que los utilizados en la preparación del látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado (A-1), se disolvieron uniformemente 19,8 kg de monómero de cloropreno, 200 g de ácido metacrílico, 60 g de n-dodecilmercaptano y 340 g de ácido resínico desproporcionado (ácido deshidroabiético) y se añadió a lo anterior una solución acuosa en la que se habían disuelto 100 g de condensado en formaldehído de naftalenosulfonato sódico en 19 kg de agua pura, seguido de emulsificación utilizando paletas de agitación para la
25 emulsificación a 1800 rpm durante 20 minutos bajo un atmósfera de nitrógeno a 38°C. Lo resultante se polimerizó hasta alcanzar una conversión de polimerización de 100%, añadiendo simultáneamente una solución acuosa de 0,3% en masa de hidroxiperóxido de cumeno a 40°C y se utilizó fenotiazina para terminar la reacción. El polímero se sometió a destilación al vapor para eliminar los monómeros residuales y se condensó hasta alcanzar un contenido de sólidos de 46% en masa, obteniendo de esta manera el látex de polímero de cloropreno (A-3).

Preparación de látex de polímero de cloropreno (A-4):

Utilizando los mismos equipos que los utilizados en la preparación del látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado (A-1), se disolvieron uniformemente 18,0 kg de monómero de cloropreno, 2,0 kg de 2,3-diclorobutadieno, 60
35 g de n-dodecilmercaptano y 340 g de ácido resínico desproporcionado (ácido deshidroabiético) y se añadió a lo anterior una solución acuosa en la que se habían disuelto 200 g de solución acuosa de hidróxido sódico al 25% y 100 g de condensado en formaldehído de naftalenosulfonato sódico en 16 kg de agua pura, seguido de la emulsificación utilizando paletas de agitación para la emulsificación a 1800 rpm durante 20 minutos bajo una atmósfera de nitrógeno a 38°C. Lo resultante se polimerizó hasta alcanzar una conversión de polimerización de 85%
40 en masa, introduciendo simultáneamente una solución acuosa de 0,5% en masa de persulfato potásico a 40°C y se utilizó fenotiazina para terminar la reacción. El polímero se sometió a destilación al vapor para eliminar los monómeros residuales para obtener el látex de polímero de cloropreno (A-4) con un contenido de sólidos de 50% en masa.

45 Con respecto a los látex de polímero de cloropreno A-1, A-2, A-3 y A-4 preparados mediante los métodos anteriormente indicados, la Tabla 1 muestra la conversión de polimerización (% en masa), el contenido de sólidos (% en masa), la cantidad de materias insolubles en tetrahidrofurano (THF) (% en masa), el peso molecular (Pm) medio en peso y la distribución molecular (Pm/Mn) medidos mediante los métodos a continuación.

Conversión de polimerización:

Se calculó a partir del contenido de sólidos de la emulsión recolectado tras la polimerización y secado durante dos horas a 100°C.

Cantidad de materias insolubles en THF:

Se añadió 1 g de cada látex a 100 ml de solvente THF (tetrahidrofurano) y se agitó durante una hoce; la fase disuelta sobrenadante se separó mediante centrifugación; el solvente se evaporó a sequedad a 100°C durante una hora y la cantidad disuelta se calculó y se restó, evaluando de esta manera la cantidad de materias insolubles en THF.
60

Peso molecular (Pm) medio en peso y distribución de pesos moleculares (Pm/Mn):

La fase disuelta sobrenadante en el momento de medir la cantidad de materias insolubles en THF se separó y se diluyó con THF y el peso molecular en equivalentes de poliestireno se midió mediante CPG (método de
65

cromatografía de permeación en gel) bajo las condiciones indicadas posteriormente con el fin de evaluar de esta manera el peso molecular (Pm) medio en peso y la distribución de pesos moleculares (Pm/Mn).

Condiciones de medición de CPG:

5 Dispositivo de medición: serie HP 1050 fabricada por Yokogawa Analytical Systems Inc.,
 detector: Shodex RI-71 (detector del índice refractivo diferencial) fabricado por Showa Denko K.K.,
 tipo de columna: PLgel 10 µm MiniMIX-B,
 10 temperatura de columna: 40°C,
 velocidad de salida: 0,4 ml/min.

[Tabla 1]

Látex de polímero de cloropreno			A-1	A-2	A-3	A-4
Proporción de alimentación de comonomero	Diclorobutadieno	% en masa	0	1	0	10
	Ácido metacrílico	% en masa	0	0	1	0
Temperatura de polimerización		°C	15	35	40	40
Conversión de polimerización		% en masa	78	95	100	85
Contenido de sólidos		% en masa	58	57	46	50
Cantidad de materias insolubles en THF		% en masa	0	52	54	40
Peso molecular medio en peso (Pm)		-	860000	450000	430000	460000
Distribución de pesos moleculares (Pm/Mn)		-	2,6	3,9	3,4	3,5

15 Los látex de resina acrílica (B-1) a (B-4) mezclados en las composiciones de látex de polímero de cloropreno de los ejemplos y de los ejemplos comparativos eran los siguientes:

B-1: Nikasol FX2555A (fabricado por Nippon Carbide Industries Co., Inc.),
 B-2: Nipol LX820A (fabricado por Zeon Corporation),
 20 B-3: Nipol LX874 (fabricado por Zeon Corporation),
 B-4: Nipol LX811H (fabricado por Zeon Corporation).

La Tabla 2 muestra el pH, la viscosidad (mPa·s), el contenido de sólidos (% en masa) y la temperatura de transición vítrea (Tg) de B-1, B-2, B-3 y B-4, respectivamente. La viscosidad se midió a 25°C utilizando un viscosímetro de tipo BM fabricado por Tokyo Keiki Inc. La temperatura de transición vítrea (Tg) era los valores de Tmg medidos utilizando un DSC-7 fabricado por PerkinElmer Japan Co., Ltd. mediante la producción de una curva de DSC del polímero separado a partir de -100°C a la tasa de incremento de temperatura de 10°C/min. y se calculó siguiendo el método JISK7121.

30 [Tabla 2]

Látex de resina acrílica		B-1	B-2	B-3	B-4
pH	-	7,0	7,5	6,5	6,5
Viscosidad	mPa·s	<500	3000	20	170
Contenido de sólidos	% en masa	60	55	45	50
Tg	°C	-17	-43	-31	1

Los surfactantes (C-1) a (C-9), plastificadores (D-1) a (D-2) y el ajustador de pH (F-1) mezclados con las composiciones de látex de polímero de cloropreno de los Ejemplos y de los Ejemplos comparativos fueron los siguientes:

C-1: Emal 20C (fabricado por Kao Corporation), número de átomos de carbono en R en la fórmula (1): 12, n=3,
 C-2: Emal D-3-D (fabricado por Kao Corporation), número de átomos de carbono en R en la fórmula (1): 11 a 16, n=2,
 40 C-3: Latemul E-118B (fabricado por Kao Corporation), número dzze átomos de carbono en R en la fórmula (1): 12, n=18,
 C-4: Latemul WX (fabricado por Kao Corporation), número de átomos de carbono en R en la fórmula (1): 18, n=23,
 45 C-5: Hitenol NF-08 (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), éter fenílico polioxietylén-estirenado-sulfato amónico,
 50

C-6: Noigen EA-197D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.), éter fenílico polioxietilén-estirenado,
C-7: Emalgen A-90 (fabricado por Kao Corporation), éter fenílico polioxietilén-estirenado
C-8: Emalgen 1118S-70 (fabricado por Kao Corporation), éter polioxietilén-alquílico,
C-9: Triton X-100 (fabricado por The Dow Chemical Company), etoxilato de octilfenol,

5 C-10: Latemul E-150 (fabricado por Kao Corporation), número de átomos de carbono en R en la fórmula (1): 12,
n=50,

10 D-1: ftalato de dioctilo,
D-2: tereftalato de dioctilo,
F-1: glicina.

Ejemplos 1 a 14 y Ejemplos comparativos 1 a 12:

15 Los látex de polímero de cloropreno de los Ejemplos 1 a 14 y de los Ejemplos comparativos 1 a 12 se prepararon mediante la adición de un surfactante a una cantidad predeterminada del látex de polímero de cloropreno utilizando los componentes mostrados en la Tabla 3 de manera que se alcanzase la proporción de mezcla indicada en las Tablas 4 y 5, y mezclando una cantidad predeterminada del látex de resina acrílica a lo anterior.

[Tabla 3]

		Ejemplos													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Emulsión de polímero de cloropreno		A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-2	*1)	A-2	A-2	A2	*3)	*4)	A-4	A-1
Emulsión de resina acrílica		B-1	B-1	B-1	B-2	B-3									
Adición posterior de surfactante		C-1	C-2	C-3	C4	*2)	C-2	C-3	C-4	C-3	C-4	C-3	C-3	C-3	C-10
Plastificador		-	-	-	-	-	-	-	D-1	D-2	-	-	-	-	-
Ajustador de pH		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

		Ejemplos comparativos											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Emulsión de polímero de cloropreno		A-1	A-2	A-1	*3)								
Emulsión de resina acrílica		B-1	B-1	B-1	-	B-2	B-3	B-3	B-3	B-3	B-3	B-4	B-3
Adición posterior de surfactante		C-1	C-1	C-1	C-1	C-1	C-5	C-6	C-7	C-8	C-9	C-3	C-7
Plastificador		-	-	D-1	-	D-2	-	-	-	-	-	-	-
Ajustador de pH		-	F-1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

*1) A-1/A-3=90/10 (p/p; húmedo)

*2) C-1/C-4=50/50 (p/p; seco)

*3) A-1/A-2=70/30 (p/p; húmedo)

5 *4) A-1/A-2=30/70 (p/p; húmedo)

10 Con respecto a cada una de las composiciones de látex de polímero de cloropreno preparadas en reposo durante tres o más días después de la mezcla, se evaluó mediante los métodos indicados posteriormente, el tiempo de apertura, la fuerza adhesiva inicial, la estabilidad frente al calor y las propiedades de recubrimiento mediante pulverización. Se extrajeron cinco muestras para la evaluación, respectivamente, para calcular la media. La unidad de la cantidad mezclada en las Tablas 4 y 5 es partes en masa y la cantidad añadida del látex de polímero de cloropreno y la emulsión de polímero acrílico es una cantidad mezclada como un látex que incluye agua.

15 Tiempo de apertura:

15 Se aplicaron uniformemente 15 mg de látex de polímero de cloropreno con un cepillo de nilón sobre una cara de un cubo de 5 cm de lado realizado en espuma de uretano como adherente y se dejó en reposo durante un tiempo predeterminado y la cara recubierta se plegó por la mitad en el centro de la cara utilizando los dedos con el fin de unirlos entre sí. El tiempo de apertura (tiempo de unión) se refiere al tiempo máximo del tiempo predeterminado
20 anteriormente indicado durante el que se evita el despegue de la espuma de poliuretano, retornando a la forma original presente antes de la unión al soltar los dedos la cara.

Fuerza adhesiva inicial:

25 Se aplicaron uniformemente 7 mg en total de látex de polímero de cloropreno sobre una cara de cada uno de dos cubos de 5 cm de lado realizados en espuma de uretano como adherentes, y los cubos se unieron inmediatamente de manera firme entre sí con ambas manos y se dejaron en reposo durante cuatro minutos. Un par de caras laterales de cada cubo enfrentadas entre sí se sujetaron mediante mandriles neumáticos de manera que la distancia
30 entre los mandriles superior e inferior fuese de 6,5 cm. La resistencia al despegue se midió utilizando un UTM-I-2500, un probador de tracción fabricado por Orientec Co., Ltd. (tasa ténsil de 200 mm/min.).

Ensayo de estabilidad:

35 Tras tratar térmicamente 100 g de la composición de látex a 70°C durante seis días, se midió el peso de sólidos precipitados y la fuerza adhesiva del látex restante tras la filtración de los sólidos siguiendo el método de evaluación anteriormente indicado de fuerza adhesiva inicial.

Ensayo de recubrimiento mediante pulverización:

40 Se pulverizó la composición de látex utilizando una pistola de pulverización de tipo W-101 fabricada por Anest Iwata Corporation a una presión de aire de pulverización de 0,24 MPa, con una cantidad de pulverización de látex de 150 ml/min. y una distancia de pulverización de 30 cm con diana en un papel de construcción negro durante un total de 3 minutos intermitentemente a intervalos de 15 segundos y el grado de desigualdad superficial en un grado de tres
45 grados: o: plana, Δ: parcialmente desigual y x: superficie desigual o no pulverizable debido a la obstrucción de la pistola.

[Tabla 4]

		Ejemplos													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Proporción de mezcla	(A) Emulsión de polímero de cloropreno	70	70	70	70	70	90	90	90	90	60	70	70	70	70
	(B) Emulsión de resina acrílica	30	30	30	30	30	10	10	10	10	40	30	30	30	30
	(C) Adición posterior de surfactante	0,1	0,2	0,3	3	3	0,2	0,02	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1
	Plastificador	-	-	-	-	-	-	-	5	5	-	-	-	-	-
	Ajustador de pH	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Tiempo de apertura (h)	3,8	4,1	3,7	4,5	4,3	3,9	4,1	4,2	4,0	4,9	4,5	4,6	4,4	4,0
	Fuerza adhesiva inicial (kgf/cm ²)	7,2	7,1	7,0	6,1	7,2	7,9	6,9	8,0	7,3	7,0	7,5	7,5	7,0	7,3
	Ensayo de estabilidad térmica (kgf/cm ²) (fuerza adhesiva tras el tratamiento térmico)	7,3	7,0	6,5	6,6	6,9	8,1	6,0	7,7	7,5	7,9	7,0	7,1	7,0	7,0
	Ensayo de estabilidad térmica (g) (peso de sólidos precipitados)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	Ensayo de pulverización	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

[Tabla 5]

		Ejemplos comparativos											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Proporción de mezcla	(A) Emulsión de polímero de cloropreno	50	70	70	100	70	70	70	70	70	70	70	70
	(B) Emulsión de resina acrílica	50	30	30	0	30	30	30	30	30	30	30	30
	(C) Adición posterior de surfactante	0,2	7	0,0	0,1	0,0	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
Plastificador		-	-	5	-	5	-	-	-	-	-	-	-
Ajustador de pH		-	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Evaluación	Tiempo de apertura (h)	No adherible	3,5	2,9	2,5	3,1	No medible debido a la gelificación en 12 horas tras la preparación de la composición						
	Fuerza adhesiva inicial (kgf/cm ²)	1,0	3,1	8,7	2,8	9,1							
	Ensayo de estabilidad térmica (kgf/cm ²) (fuerza adhesiva tras el tratamiento térmico)	0,3	2,8	2,1	2,9	2,2							
	Ensayo de estabilidad térmica (g) (peso de sólidos precipitados)	25	0	12	0	11							
	Ensayo de pulverización	Δ	o	X	o	X							

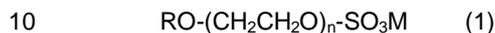
5 Tal como en los resultados de evaluación de las Tablas 4 y 5, los Ejemplos 1 a 14 que satisfacen la composición de
mezcla definida en la presente invención mostraron buenos resultados en la totalidad de fuerza adhesiva inicial,
adhesión de contacto, estabilidad de almacenamiento y propiedades de recubrimiento mediante pulverización. Por el
contrario, en los Ejemplos comparativos 1 a 3 y 5, en los que se incluyeron los componentes definidos en la presente
invención pero la proporción de mezcla se encontraba fuera del intervalo, no se equilibraron bien la fuerza adhesiva
inicial, la adhesión de contacto, la estabilidad de almacenamiento y las propiedades de recubrimiento mediante
pulverización. En el Ejemplo comparativo 4, en el que no se incluyó el látex de resina acrílica, aunque la estabilidad
de almacenamiento y las propiedades de recubrimiento mediante pulverización eran buenas, la fuerza adhesiva
10 inicial y la adhesión de contacto eran inferiores a las de los Ejemplos.

15 En los Ejemplos comparativos 6 a 10 y 12, que utilizaban surfactantes diferentes de los de la presente invención, las
composiciones de látex de polímero de cloropreno se gelificaron en las 12 horas posteriores a la preparación y
presentaban una estabilidad de almacenamiento inferior. En el Ejemplo comparativo 11, en el que la resina acrílica
del látex de resina acrílica de intervalo de temperaturas de transición vítrea elevadas, superiores al intervalo
reivindicado en la presente invención, el látex de polímero de cloropreno y el látex de resina acrílica eran
incompatibles, y la composición se gelificó en las 12 horas posteriores a la preparación, lo que implica que la
estabilidad de almacenamiento era inferior.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición de látex de polímero de cloropreno que contiene (A) 60% a 95% en masa (en términos de contenido de sólido) de un látex de polímero de cloropreno, (B) 5% a 40% en masa (en términos de contenido de sólidos) de un látex de resina acrílica que contiene polímeros acrílicos con una temperatura de transición vítrea de entre -50°C y 0°C, y (C) un surfactante representado por la fórmula (1)

[Ec. química 1]



(en la fórmula, R representa un grupo de alquilo alifático con una media de 5 a 20 átomos de carbono; M representa sodio o amonio y n (valor medio) es un valor de entre 2 y 60) en la proporción de 0,02 a 5 partes en masa (en términos de contenido de sólidos) de (C) respecto a 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de (A) y (B).

- 15 2. Composición de látex de polímero de cloropreno según la reivindicación 1, en el que el polímero de cloropreno que constituye (A) la composición de látex de polímero de cloropreno tal como se ha indicado anteriormente es un homopolímero de cloropreno, un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno o una mezcla de homopolímero de cloropreno y copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno.

- 20 3. Composición de látex de polímero de cloropreno según la reivindicación 1 o 2, en el que el contenido de gel en el látex de polímero de cloropreno (materias insolubles en tetrahidrofurano) es de 60% en masa o inferior; el peso molecular medio en peso de materias insolubles en tetrahidrofurano en el polímero de cloropreno es de entre 300000 y 1100000 y la distribución de pesos moleculares (Pm/Mn) se encontraba comprendida en el intervalo de 2,0 a 4,5.

- 25 4. Composición de látex de polímero de cloropreno según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la conversión de polimerización del material monómero en polímero de cloropreno en (A) el látex de polímero de cloropreno es de 65% en masa o superior e inferior a 95% en masa.

- 30 5. Composición de látex de polímero de cloropreno según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la viscosidad de (B) el látex de resina acrílica anteriormente mencionado medido utilizando un viscosímetro de tipo B es de 1000 mPa·s o inferior.

- 35 6. Composición de látex de polímero de cloropreno según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que contiene además 5 a 20 partes en masa de plastificador de éster de ácido dibásico respecto a 100 partes en masa (incluyendo el agua) del total de (A) el látex de polímero de cloropreno anteriormente indicado y (B) látex de resina acrílica.

- 40 7. Adhesivo soluble en agua de tipo de un solo líquido que comprende la composición de látex de polímero de cloropreno según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.