

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 138**

51 Int. Cl.:

**C08K 5/01** (2006.01)

**C08K 5/098** (2006.01)

**C08L 33/08** (2006.01)

**C09J 133/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.06.2007 PCT/EP2007/055374**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.12.2007 WO07141198**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.06.2007 E 07729775 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 2032638**

54 Título: **Adhesivo para revestimientos de suelo**

30 Prioridad:

**09.06.2006 EP 06115246**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**03.07.2017**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein , DE**

72 Inventor/es:

**WILDESON, JACOB;  
CENTNER, ALEXANDER y  
SEIBERT, HORST**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 621 138 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

Adhesivo para revestimientos de suelo

La invención se refiere a una composición acuosa que contiene:

- 5 a) un polímero que se puede obtener mediante polimerización por radicales  
 b) ácido abiético y sus derivados  
 c) una sal de Mn de un ácido orgánico  
 d) dado el caso carga

Además, la invención se refiere al uso de la composición como adhesivo, en particular, para adherir revestimientos de suelo.

- 10 En general, los adhesivos acuosos para revestimientos de suelo contienen un aglutinante polimérico y cargas. Por los documentos EP-A 743 965 y EP-A 1 201 691 se conocen adhesivos de este tipo, que están exentos de disolventes orgánicos o plastificantes.

- 15 Por el documento US 6.706.789 se conocen adhesivos para revestimientos de suelo que contienen un reticulante con grupos oxazolina; además, los adhesivos pueden contener también aceites secantes (es decir, aceites insaturados) y carboxilatos de metal como aceleradores del secado. Los grupos oxazolina causan una reticulación del aglutinante, los carboxilatos de metal catalizan adicionalmente una reticulación (secado) de los aceites secantes. Los adhesivos según el documento US 6.706.789 contienen por tanto un dos sistemas de reticulación y múltiples componentes. El documento EP-A2-326530 desvela un adhesivo que contiene un polímero, taloil y estearato de Na.

- 20 Se desea un sistema de reticulación más sencillo que cause propiedades en cuanto a la técnica de la aplicación al menos igual de buenas.

- 25 En revestimientos de suelo flexibles es de importancia en cuanto a la técnica de aplicación, en particular, una buena capacidad de atracción en húmedo (en inglés también *green strength*) y capacidad de atracción en seco (en inglés también *open time*). Una buena capacidad de atracción en húmedo significa que el fondo de la moqueta después de la colocación sobre la base revestida con el adhesivo, en primer lugar, todavía se puede orientar y se puede corregir la ubicación, pero después se da pronto una adhesión antideslizante, cuya resistencia aumenta con la progresión del secado.

Una buena capacidad de atracción en seco significa que también después de un tiempo de ventilación más prolongado, un fondo de moqueta después de la colocación sobre la base entonces ya seca, da una unión firme.

Por tanto, se desean adhesivos que cumplan en la medida de lo posible bien los requisitos anteriores.

- 30 Por consiguiente, se encontró la composición que se ha definido al principio. También se encontró el uso de la composición como adhesivo, en particular, como adhesivo para revestimientos de suelo.

La composición acuosa contiene al menos los siguientes constituyentes:

- 35 a) un polímero que se puede obtener mediante polimerización por radicales  
 b) ácido abiético y sus derivados  
 c) una sal de Mn de un ácido orgánico  
 d) dado el caso carga

Con respecto al polímero a)

El polímero se puede obtener mediante polimerización por radicales de compuestos etilénicamente insaturados (monómeros).

- 40 El polímero está compuesto preferentemente en al menos el 40 % en peso, preferentemente al menos el 60 % en peso, de forma particularmente preferente el 80 % en peso a partir de los denominados monómeros principales.

- 45 Los monómeros principales están seleccionados de (met)acrilatos de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de C, compuestos aromáticos de vinilo con hasta 20 átomos de C, nitrilos etilénicamente insaturados, halogenuros de vinilo, éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 10 átomos de C, hidrocarburos alifáticos con 2 a 8 átomos de C y uno o dos dobles enlaces o mezclas de estos monómeros.

Como (met)acrilatos de alquilo cabe mencionar, por ejemplo, éster de alquilo de ácido (met)acrílico con un resto alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, tal como metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilato de *n*-butilo, acrilato de etilo y acrilato de 2-etilhexilo.

- 50 En particular, son adecuadas también mezclas de los ésteres de alquilo de ácido (met)acrílico.

Son ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos con 1 a 20 átomos de C, por ejemplo, laurato de vinilo, estearato de vinilo, propionato de vinilo, éster de vinilo de ácido versático y acetato de vinilo.

Como compuestos aromáticos de vinilo se consideran, por ejemplo, viniltolueno,  $\alpha$ - y  $p$ -metilestireno,  $\alpha$ -butil-estireno, 4- $n$ -butilestireno, 4- $n$ -decilestireno y preferentemente estireno. Son ejemplos de nitrilos acrilonitrilo y metacrilonitrilo.

- 5 Los halogenuros de vinilo son compuestos etilénicamente insaturados sustituidos con cloro, fluoro o bromo, preferentemente cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno.

Como éteres de vinilo cabe mencionar, por ejemplo, metiléter de vinilo o isobutiléter de vinilo. Se prefiere éter de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 4 átomos de C.

- 10 Como hidrocarburos con 2 a 8 átomos de C y uno o dos dobles enlaces olefínicos cabe mencionar etileno, propileno, butadieno, isopreno y cloropreno.

Como monómeros principales se prefieren los acrilatos y metacrilatos de alquilo  $C_1$  a  $C_{20}$ , en particular, acrilatos y metacrilatos de alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$  y compuestos aromáticos de vinilo, en particular, estireno y mezclas de los (met)acrilatos de alquilo con estireno.

- 15 Muy particularmente preferentemente son acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de  $n$ -butilo, acrilato de  $n$ -hexilo, acrilato de octilo y acrilato de 2-etilhexilo, estireno, así como mezclas de estos monómeros.

De forma particularmente preferente, el polímero está compuesto en al menos el 40 % en peso, en particular, al menos el 60 % en peso y de forma muy particularmente preferente al menos el 80 % en peso de (met)acrilatos de alquilo  $C_1$ - $C_{20}$ , en particular,  $C_1$ - $C_{10}$ .

- 20 Aparte de los monómeros principales, el polímero puede contener otros monómeros, por ejemplo, monómeros con ácido carboxílico, ácido sulfónico o grupos ácido fosfónico. Se prefieren grupos ácido carboxílico. Se mencionan, por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico o ácido fumárico.

Otros monómeros son, por ejemplo, también monómeros que contienen grupos hidroxilo, en particular, (met)acrilatos de hidroxialquilo  $C_1$ - $C_{10}$ , (met)acrilamida.

- 25 Como otros monómeros se mencionan además mono-(met)-acrilato de feniloxietilenglicol, acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo, amino-(met)-acrilatos, tales como (met)-acrilato de 2-aminoetilo.

Como otros monómeros se mencionan también monómeros que reticulan.

De forma muy particularmente preferente, el polímero contiene de 0,1 al 5 % en peso de monómeros con grupos ácido carboxílico.

- 30 La temperatura de transición vítrea del polímero asciende preferentemente a de -60 a 0 °C, de forma particularmente preferente de -60 a -10 °C y de forma muy particularmente preferente de -60 a -20 °C.

Se puede determinar la temperatura de transición vítrea según procedimientos habituales, tales como termoanálisis diferencial o calorimetría de barrido diferencial (véase, por ejemplo, la norma ASTM 3418/82, la denominada "temperatura de punto medio").

- 35 La preparación de los polímeros se realiza en una forma de realización preferente mediante polimerización en emulsión, por tanto, se trata de un polímero de emulsión.

Sin embargo, la preparación se puede llevar a cabo, por ejemplo, también mediante polimerización en solución y posterior dispersión en agua.

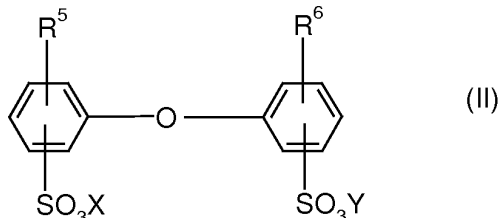
- 40 En el caso de la polimerización en emulsión se usan emulsionantes iónicos y/o no iónicos y/o coloides protectores o estabilizantes como compuestos con actividad interfacial.

Se encuentra una descripción exhaustiva de coloides protectores adecuados en Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, tomo XIV/1, Makromolekulare Stoffe, Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart, 1961, pág. 411 a 420. Como emulsionantes se consideran emulsionantes tanto aniónicos, catiónicos como no iónicos. Preferentemente, como sustancias acompañantes con actividad interfacial se emplean en exclusiva emulsionantes, cuyo peso molecular se encuentra habitualmente por debajo de 2000 g/mol a diferencia de los coloides protectores.

- 45 Evidentemente, en el caso del uso de mezclas de sustancias con actividad interfacial, los compuestos individuales tienen que ser compatibles entre sí, lo que se puede comprobar en el caso de duda mediante unos pocos ensayos previos. Preferentemente se usan emulsionantes aniónicos y no iónicos como sustancias con actividad interfacial. Son emulsionantes acompañantes habituales, por ejemplo, alcoholes grasos etoxilados (grado de OE: 3 a 50, resto alquilo:  $C_8$  a  $C_{36}$ ), mono-, di- y tri-alquilfenoles etoxilados (grado de OE: 3 a 50, resto alquilo:  $C_4$  a  $C_9$ ), sales de metal alcalino de ésteres de dialquilo del ácido sulfosuccínico, así como sales de alcalino y de amonio de sulfatos de
- 50

alquilo (resto alquilo: C<sub>8</sub> a C<sub>12</sub>), de alcoholes extilados (grado de OE: 4 a 30, resto alquilo: C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub>), del alquilenoles extoxilados (grado de OE: 3 a 50, resto alquilo: C<sub>4</sub> a C<sub>9</sub>), de ácidos alquilsulfónicos (resto alquilo: C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub>) y de ácidos alquilarilsulfónicos (resto alquilo: C<sub>9</sub> a C<sub>18</sub>).

Otros emulsionantes adecuados son compuestos de la fórmula general II



5 en la que R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> representan hidrógeno o alquilo C<sub>4</sub> a C<sub>14</sub> y no son al mismo tiempo hidrógeno y X e Y pueden ser iones de metal alcalino y/o iones amonio. Preferentemente R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup> representan restos alquilo lineales o ramificados con 6 a 18 átomos de C o hidrógeno y, en particular, con 6, 12 y 16 átomos de C, no siendo R<sup>5</sup> y R<sup>6</sup> ambos al mismo tiempo hidrógeno. X e Y son preferentemente sodio, potasio o iones amonio, siendo particularmente preferente sodio. Son particularmente ventajosos compuestos II en los que X e Y es sodio, R<sup>5</sup> es un resto alquilo ramificado con 12 átomos de C y R<sup>6</sup> es hidrógeno o R<sup>5</sup>. Con frecuencia se usan mezclas técnicas que presentan una proporción del 50 al 90 % en peso del producto monoalquilado, por ejemplo, Dowfax® 2A1 (marca comercial de la Dow Chemical Company).

15 Se encuentran emulsionantes adecuados también en Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, tomo 14/1, Makromolekulare Stoffe, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1961, páginas 192 a 208.

Son nombres comerciales de emulsionantes, por ejemplo, Dowfax® 2A1, Emulan® NP 50, Dextrol® OC 50, Emulgator 825, Emulgator 825 S, Emulan® OG, Texapon® NSO, Nekanil® 904 S, Lumiten® I-RA, Lumiten E 3065, Disponil FES 77, Lutensol AT 18, Steinapol VSL, Emulphor NPS 25.

20 La sustancia con actividad interfacial se usa habitualmente en cantidades del 0,1 al 10 % en peso en relación con los monómeros que se van a polimerizar.

Son iniciadores solubles en agua para la polimerización en emulsión, por ejemplo, sales de amonio y metal alcalino del ácido peroxidisulfúrico, por ejemplo, peroxodisulfato de sodio, peróxido de hidrógeno o peróxidos orgánicos, por ejemplo, hidroperóxido de *terc*-butilo.

Son adecuados también los denominados sistemas de iniciador de reducción-oxidación (Red-Ox).

25 Los sistemas de iniciador Red-Ox consisten en al menos un agente reductor la mayoría de las veces inorgánico y un agente oxidante inorgánico u orgánico.

En el caso del componente de oxidación se trata, por ejemplo, de los iniciadores ya mencionados anteriormente para la polimerización en emulsión.

30 En el caso de los componentes de reducción se trata, por ejemplo, de las sales de metal alcalino del ácido sulfúrico, tal como, por ejemplo, sulfito sódico, hidrogenosulfito sódico, sales de alcalino del ácido disulfúrico, tales como disulfito sódico, compuestos de adición de disulfito de aldehídos alifáticos y cetonas, tales como bisulfito de acetona o agentes reductores, tales como ácido hidroximetanosulfínico y sus sales o ácido ascórbico. Los sistemas de iniciador Red-Ox se pueden usar con uso conjunto de compuestos metálicos solubles, cuyo componente metálico pueda aparecer en varios niveles de valencia.

35 Son sistemas de iniciador Red-Ox habituales, por ejemplo, ácido ascórbico/sulfato de hierro(II)/peroxidisulfato sódico, hidroperóxido de *terc*-butilo/disulfito sódico, hidroperóxido de *terc*-butilo/ácido hidroximetanosulfínico de Na. Los componentes individuales, por ejemplo, el componente de reducción, pueden ser también mezclas, por ejemplo, una mezcla de la sal sódica del ácido hidroximetanosulfínico y disulfito sódico.

40 Los compuestos mencionados se emplean la mayoría de las veces en forma de soluciones acuosas, determinándose la concentración inferior mediante la cantidad de agua razonable en la dispersión y la concentración superior por la solubilidad del correspondiente compuesto en agua. En general, la concentración asciende a del 0,1 al 30 % en peso, preferentemente del 0,5 al 20 % en peso, de forma particularmente preferente del 1,0 al 10 % en peso en relación con la solución.

45 La cantidad de los iniciadores asciende en general a del 0,1 al 10 % en peso, preferentemente del 0,5 al 5 % en peso en relación con los monómeros que se van a polimerizar. Se pueden usar también varios iniciadores distintos en la polimerización en emulsión.

En la polimerización se pueden emplear reguladores, por ejemplo, en cantidades de 0 a 0,8 partes en peso en relación con 100 partes en peso de los monómeros que se van a polimerizar, mediante los cuales se reduce la masa molar. Son adecuados, por ejemplo, compuestos con un grupo tiol, tales como *terc*-butilmercaptano, éster etilacrílico de ácido tioglicólico, mercaptoetanol, mercaptopropiltrimetoxisilano o *terc*-dodecilmercaptano.

- 5 Por norma general, la polimerización en emulsión se realiza a de 30 a 130, preferentemente 50 a 90 °C. El medio de polimerización puede consistir solo en agua, así como en mezclas de agua y líquidos miscibles, con ello, tales como metanol. Preferentemente se usa solo agua. La polimerización en emulsión se puede llevar a cabo como proceso discontinuo al igual que en forma de un procedimiento de alimentación, incluyendo forma de proceder por pasos o en gradiente. Se prefiere el procedimiento de alimentación, en el que se dispone una parte de la preparación de polimerización, se calienta a la temperatura de polimerización, se comienza a polimerizar y a continuación se suministra el resto de la preparación de polimerización, habitualmente a través de varias alimentaciones separadas en el espacio, de las cuales una o varias contienen los monómeros en forma pura o emulsionada, de forma continua, paso a paso o con superposición de un gradiente de concentraciones, manteniendo la polimerización a la zona de polimerización. En la polimerización se puede disponer también, por ejemplo, para un mejor ajuste del tamaño de partícula un agente de nucleación de polímero.

El modo en el que se añade el iniciador en el transcurso de la polimerización en emulsión acuosa por radicales al recipiente de polimerización se conoce por el experto habitual en la materia. Se puede disponer por completo en el recipiente de polimerización, al igual que emplearse de acuerdo con su uso en el transcurso de la polimerización en la emulsión acuosa por radicales de forma continua o paso a paso. En particular, esto depende de la naturaleza química del sistema de iniciador, al igual que de la temperatura de polimerización. Preferentemente se dispone una parte y el resto se suministra de acuerdo con el consumo a la zona de polimerización.

Para la retirada de los monómeros residuales habitualmente se añade, también después del final de la polimerización en emulsión en sí, es decir, después de una conversión de los monómeros de al menos el 95 %, iniciador.

- 25 Los componentes individuales se pueden añadir al reactor en el procedimiento de alimentación desde arriba, por el lado o desde abajo a través del fondo del reactor.

En la polimerización en emulsión se obtienen dispersiones acuosas del polímero, por norma general con contenidos de sólidos del 15 al 75 % en peso, preferentemente del 40 al 75 % en peso.

- 30 En el marco de la presente invención se prefiere un contenido de sólidos del 50 al 75 % en peso, en particular del 55 al 75 % en peso.

Para un elevado rendimiento espacio/tiempo del reactor se prefieren dispersiones con un contenido en sólidos en la medida de lo posible elevado. Para poder conseguir contenidos de sólidos > 60 % en peso se debería ajustar un tamaño de partícula bi- o polimodal, ya que de lo contrario la viscosidad se hace demasiado elevada y la dispersión ya no es manejable. La generación de una nueva generación de partículas se puede realizar, por ejemplo, mediante la adición de agente de nucleación (documento EP 81 083), mediante la adición de un exceso de cantidades de emulsionante o mediante la adición de mini-emulsiones. Otra ventaja que conlleva la baja viscosidad con un alto contenido de sólidos es el comportamiento mejorado de revestimiento con altos contenidos de sólidos. La generación de una nueva/nueva generación/generaciones de partículas se puede realizar en un momento discrecional. Esto se rige por la distribución del tamaño de partícula pretendida para una baja viscosidad.

- 40 El polímero preparado de este modo se usa preferentemente en forma de su dispersión acuosa.

En cuanto a b)

La composición contiene además un derivado de diterpeno tricíclico o una mezcla de derivados de diterpenos tricíclicos (denominados de forma abreviada diterpeno tricíclico).

- 45 Los terpenos son hidrocarburos con 10 átomos de C (dos unidades de isopreno), los diterpenos son hidrocarburos con 20 átomos de C (4 unidades de isopreno). En el diterpeno tricíclico, las 4 unidades de isopreno forman un sistema de tres anillos con 3 anillos de 6 alifáticos relacionados y sustituyentes alifáticos (grupos alquilo y un grupo ácido carboxílico). La estructura básica preferente es la del abietano.

En los diterpenos tricíclicos, la estructura básica puede estar modificada, por ejemplo, mediante reacción química. En particular, los átomos de hidrógeno pueden estar sustituidos con otros grupos orgánicos mediante reacciones químicas (derivados); se considera, en particular, una esterificación del grupo ácido carboxílico.

- 55 Los diterpenos tricíclicos contienen dobles enlaces no aromáticos, en general, contienen uno o dos dobles enlaces. Los dobles enlaces pueden estar también hidrogenados hasta dar enlaces sencillos, el contenido en dobles enlaces en el diterpeno tricíclico asciende preferentemente al menos a 0,01, de forma particularmente preferente al menos 0,05, de forma muy particularmente preferente al menos 0,1 moles, o al menos 0,2 moles con respecto a 100 g de diterpeno tricíclico; el máximo contenido asciende en el caso de dos dobles enlaces por molécula aproximadamente

a 0,6 moles/100 g de diterpeno tricíclico.

En general, el peso molecular de los diterpenos cíclicos se encuentra entre 264 (triciclo C20) y 400, en función de la cantidad y el tipo de los sustituyentes.

5 Los diterpenos tricíclicos se pueden preparar sintéticamente; con preferencia se usan sustancias naturales. Como sustancias naturales se menciona en particular ácido abiético. El ácido abiético o los derivados de ácido abiético se denominan también como resinas de colofonia, en inglés sobre todo como *rosin*. El diterpeno tricíclico tiene preferentemente una temperatura de transición vítrea de 0 a 90 °C, de forma particularmente preferente del 40 a 85 °C.

10 La cantidad de diterpeno tricíclico asciende preferentemente a de 1 a 300, de forma particularmente preferente de 10 a 150 y de forma muy particularmente preferente de 30 a 120 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del polímero.

En cuanto c)

La composición acuosa contiene además una sal de metal de un ácido orgánico.

15 Tales sales de metal se usan como aceleradores para el endurecimiento de película oxidativo y se conocen también por el término "desecantes".

Como metal se considera preferentemente metal de grupo secundario manganeso. El metal se encuentra como catión en la sal de metal.

20 En el caso del ácido orgánico se trata preferentemente de un ácido carboxílico que está presente en la sal como anión carboxilato. El anión carboxilato tiene preferentemente al menos 4, en particular al menos 6 átomos de C, de forma particularmente preferente al menos 8 y de forma muy particularmente preferente al menos 10 átomos de C. Se puede tratar de carboxilatos alifáticos, en particular, también de carboxilatos cicloalifáticos y también de carboxilatos alifáticos insaturados o sus mezclas. Se consideran, por ejemplo, los denominados ácidos nafténicos (a este respecto se trata de ácidos ciclohexano carboxílicos, ácidos ciclopentanocarboxílicos o sus mezclas) o ácidos grasos alifáticos lineales con 8 a 24 átomos de C, tales como ácido oleico o ácido linoleico.

25 La cantidad de la sal de metal asciende preferentemente a de 0,001 a 10 partes en peso, de forma particularmente preferente de 0,005 a 1 parte en peso, y de forma muy particularmente preferente de 0,01 a 0,5 partes en peso en relación con el diterpeno tricíclico.

Con respecto a d)

En una forma de realización preferente, el adhesivo contiene cargas.

30 Como cargas se consideran, en particular, cargas inorgánicas, de forma particularmente preferente pigmentos blancos. Se mencionan, por ejemplo, carbonato cálcico o silicatos. El carbonato cálcico finamente molido o precipitado (creta) o polvo de cuarzo tienen, por ejemplo, un diámetro de partícula medio de, en general, entre 2 y 100 µm, sin embargo, se consideran también partículas más gruesas.

35 La cantidad de las cargas puede ser, por ejemplo, de 10 a 400 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero.

Más en cuanto a la composición

La composición acuosa puede contener, aparte de los constituyentes a) a d), otros constituyentes, se mencionan, por ejemplo, espesantes, antiespumantes, conservantes o humectantes o coadyuvantes de dispersión.

40 Los humectantes son, por ejemplo, etoxilatos de alcohol graso, etoxilatos de alquilfenol, éster de ácido sulfosuccínico, etoxilatos de nonilfenol, polioxietilenos/-propilenos o dodecilsulfonato sódicos.

Los humectantes pueden estar contenidos en la composición acuosa, por ejemplo, en cantidades del 0 a 5 partes en peso, los espesantes en cantidades de 0 a 10 partes en peso, los conservantes en cantidades de 0 a 3 partes en peso y los antiespumantes en cantidades de 0 a 10 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero (sólido, sin disolvente).

45 La composición acuosa para muchas aplicaciones preferentemente en esencia está exenta, preferentemente exenta de disolventes orgánicos y plastificantes, tales como, por ejemplo, acetato de butilo, tolueno o éster de ácido ftálico. Por tanto, contiene compuestos orgánicos con un punto de ebullición por debajo de 300 °C a presión normal (1 bar) en cantidades por debajo de preferentemente 0,5 partes en peso, de forma particularmente preferente por debajo de 0,1 partes en peso, de forma muy particularmente preferente por debajo de 0,05 partes en peso y en particular por  
50 debajo de 0,01 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero (sólido, sin disolvente). De forma particularmente preferente, la composición cumple las exigencias de la exención de emisiones, tal como se define

por la Gemeinschaft Emissionskontrollierter Verlegewerkstoffe.

5 Las emisiones se determinan con un procedimiento de ensayo de cámara. El adhesivo de suelo o la composición de acuerdo con la invención se aplica con  $300 \text{ g/m}^2$  sobre una placa de vidrio, cuyo tamaño se rige según el volumen de la cámara. La carga de la cámara asciende a  $0,4 \text{ m}^2$  de la placa de vidrio revestida por  $\text{m}^3$  de volumen de cámara. Las condiciones de emisión en la cámara de ensayo de acero inoxidable (volumen al menos 125 litros) son  $23 \text{ }^\circ\text{C}$ , el 50 % de humedad relativa del aire y un cambio de aire a la hora que causa un reemplazo de todo el aire cada 2 horas. Después de 10 días se determinan las emisiones a largo plazo. Para esto se conduce un volumen definido de la corriente de aire sobre adsorbentes. Después de la desorción se determinan las sustancias emitidas mediante cromatografía de gases (acoplamiento de CG-EM) o mediante cromatografía líquida. Las emisiones a largo plazo se determinan en  $\text{mg/m}^3$ , empleándose tolueno como sustancia patrón. Las sustancias emitidas, cuya concentración de cámara es mayor de  $20 \text{ mg/m}^3$  se identifican y con la sustancia pura identificada se calibran. Las sustancias emitidas, cuya concentración de cámara es menor de  $20 \text{ mg/m}^3$  no se identifican individualmente. En estos casos, la calibración se realiza con tolueno.

Los valores de todas las sustancias se suman.

15 En el caso de la composición de acuerdo con la invención, el valor de emisión para la suma de todos los compuestos orgánicos asciende como máximo preferentemente a  $1500 \text{ mg/m}^3$ , y en particular como máximo  $500 \text{ mg/m}^3$ .

20 La composición acuosa no necesita contenido alguno de otros reticulantes. Preferentemente, la composición no contiene grupos oxazolona y de forma particularmente preferente tampoco aceites secantes o cualquier otro reticulante.

La preparación del adhesivo acuoso se puede realizar de forma sencilla, por ejemplo, al añadirse a la dispersión de polímero acuosa obtenida en la polimerización en emulsión del polímero el constituyente de b) a d) y dado el caso otros aditivos con agitación.

25 El contenido de sólidos de la composición acuosa asciende preferentemente a del 50 al 95 % en peso, de forma particularmente preferente de 60 al 90 % en peso y de forma muy particularmente preferente del 70 al 85 % en peso; el contenido de agua de la composición acuosa asciende correspondientemente con preferencia a del 5 al 50 % en peso, de forma particularmente preferente del 10 al 40 % en peso y de forma muy particularmente preferente del 15 al 30 % en peso.

Con respecto al uso

30 La composición de acuerdo con la invención es adecuada, en particular, como adhesivo.

En particular, la composición es adecuada como adhesivo del componente (1 K), es decir, como adhesivo que no necesita antes del uso ninguna adición de un reticulante u otro compuesto reactivo. Por tanto, el adhesivo ya contiene todos los constituyentes necesarios y es estable en almacenamiento.

35 La composición de acuerdo con la invención se puede usar para la unión duradera de piezas de moldeo discrecionales. Las piezas de moldeo que se van a unir pueden consistir en los más diversos materiales, por ejemplo, de madera, metal, plásticos, cuero, cerámica u otros; las piezas de moldeo que se van a unir pueden ser del mismo material o de materiales distintos. Tales adhesivos se denominan también adhesivos industriales o adhesivos de montaje.

40 La composición es muy adecuada como adhesivo para revestimientos de suelo. A este respecto se consideran también revestimientos de suelo flexibles, tales como moquetas, como también revestimientos de suelo no flexibles como suelos de parqué o laminado.

En el caso de los revestimientos de suelo que se deben adherir se trata de manera muy particularmente preferente de revestimientos de suelo flexibles.

45 Los revestimientos de suelo flexibles, en particular, son moquetas u otros revestimientos de suelo, por ejemplo, de PVC (en realizaciones como revestimientos multicapa o revestimientos homogéneos), revestimientos de material celular con lado inferior textil (por ejemplo cáñamo), no tejido de poliéster, revestimientos de caucho, revestimientos textiles, por ejemplo, también con diferente equipamiento de dorso (tales como espuma de poliuretano, espuma de estireno-butadieno, segundo dorso textil), revestimientos de suelo de moqueta punzonada, revestimientos de poliolefina y revestimientos de linóleo.

50 Estos revestimientos de suelo flexibles se pueden adherir sobre bases, por ejemplo, de madera, plástico, bases minerales tales como solado, hormigón, baldosas cerámicas, bases de metal o similares.

El adhesivo se puede aplicar, por ejemplo, con un listón dentado sobre la base, después se aplica el revestimiento de suelo.

5 En el caso del uso de acuerdo con la invención se logra un buen nivel de propiedades en cuanto a la técnica de aplicación tales como resistencia a la peladura, resistencia a la cizalla, capacidad de atracción en húmedo, capacidad de agarre en seco y resistencia térmica. La composición o el adhesivo se puede preparar de forma sencilla (el desecante c) solo se tiene que incluir mediante agitación y se puede procesar bien durante el uso también a causa de su reología. En particular, también es estable en almacenamiento, no se puede observar o apenas se puede observar una formación de películas sobre la superficie del adhesivo, incluso después de días.

### Ejemplos

#### 1. Preparación de los polímeros mediante polimerización en emulsión

10 Se prepararon diferentes polímeros A) mediante polimerización en emulsión habitual con el uso de un agente de nucleación de poliestireno (0,2 partes en peso sobre 100 partes en peso de monómeros) y 0,5 partes en peso de persulfato sódico como iniciador y 1 parte en peso de Disponil®FES 77 (un sulfato sódico etoxilado, Cognis Deutschland GmbH & Co. KG, Düsseldorf) y 0,5 partes en peso de Lumiten® -ISC (éster de ácido succínico, BASF AG) como emulsionantes.

La composición de los polímeros está indicada en la Tabla 1:

15 Tabla 1: Dispersiones de polímero 1 a 5

Partes en peso	1	2	3	4
EA			31,5	
MA	9			19
MMA		10,5		
AS	2	2	2	2
AN	5			
BA	84	87,5	66,5	79
tDMK	0,3	0,3	0,3	0,3
CS % en peso	55,6	54,7	54,9	54,9

EA: acrilato de etilo  
 MA: acrilato de metilo  
 MMA: metacrilato de etilo  
 AS: ácido acrílico  
 AN: acrilonitrilo  
 BA: acrilato de *n*-butilo  
 tDMK: regulador de peso molecular dodecilmercaptano terciario (están indicadas las partes en peso con respecto a 100 partes en peso de monómeros)  
 CS: contenido de sólidos

#### 2. Composición de los adhesivos acuosos

20 Las dispersiones de polímero 1 a 5 se ajustaron hasta un contenido de sólidos del 55 %, los demás constituyentes se añadieron a la dispersión de polímero y se agitaron.

Los adhesivos estaban compuestos del siguiente modo:

27,3 % en peso	dispersión de polímero, ajustado a pH 8 con NaOH
9,3 % en peso	solución de Latekoll® D (al 3 %), (espesante, BASF AG)
19,0 % en peso	derivados de ácido abiético (mezclas del 45 % en peso de Dercol M10-B, Willers, Engel & Co., Hamburgo, así como 55 % en peso de Bremasin 1205, Robert Krämer GmbH & Co. KG, Rastede)
0,2 % en peso	Agitan® 282 (antiespumante, Münzing Chemie GmbH, Heilbronn)
1,0 % en peso	Pigmentverteiler® NL (coadyuvante de dispersión, BASF AG)
43,2 % en peso	carbonato cálcico (Ulmer Weiß XM, Eduard Merkle GmbH & Co., Blaubeuren)
0,1 o 0,5 % en peso	Soligen Mangano® 6 aqua (desecante, Borchers GmbH, Langenfeld)



II. Ensayo en cuanto a la técnica de aplicación

Capacidad de atracción en húmedo (NAV)

- 5 El adhesivo se aplica con una rasqueta DIN sobre una placa de fibrocemento (20 x 50 cm) en dirección de retirada. Dosis de aplicación de aproximadamente 350 – 400 g/m<sup>2</sup>. Se incluyen revestimientos de moqueta punzonada (tiras de NBB) después de 10 minutos de ventilación en el lecho de adhesivo y se comprimen con un cilindro de 2,5 kg mediante rodadura de un lado a otro 3 veces. En los intervalos temporales indicados se retiran los revestimientos con un aparato de retirada y a este respecto se determina el aumento de la resistencia a peladura en N 5 cm.

Capacidad de agarre en seco (TAV)

- 10 El adhesivo se aplica con una rasqueta DIN sobre una placa de fibrocemento (20 x 50) en dirección de retirada. Dosis de aplicación aproximadamente 250 – 300 mg/m<sup>2</sup>. Se incluyen tiras de PVC después de diferente tiempo de ventilación en el lecho de adhesivo y se comprimen con un cilindro de 2,5 kg mediante rodadura de un lado a otro (3x). A continuación, se retiran las tiras con un aparato de retirada y se determina la resistencia a la peladura en N 5 cm.

Resistencia térmica

- 15 La placa de fibrocemento se almacenó con un revestimiento de suelo de PVC (superficie de adhesión 5 x 2 cm y 14 días en clima normal (1 bar, 23,5 °C). Después se atemperó durante 30 minutos a 50 °C en la estufa de aire circulante, a continuación, se cargó con 2 kg de forma suspendida. Como medida de la resistencia térmica se aplica el tiempo hasta la separación de la adhesión.

Resistencia a la cizalla dinámica

- 20 Se revistieron varillas de madera de encima con el adhesivo (rasqueta: anchura de hendidura 3,3 mm, profundidad de hendidura 3 mm) y se adhirieron unas a otras de forma solapante (área adherida 26 x 23 mm) y se comprimieron durante 1 minuto con un peso de 2 kilogramos. Después del tiempo indicado de almacenamiento en clima normal (1 bar, 23,5 °C) se determinó la resistencia a la cizalla (en N/mm<sup>2</sup>) en una máquina de ensayo de tracción.

En la Tabla 3 están indicados los resultados.

25

Tabla 3:

Dispersión	1	1	1	2	2	2
Desecante en % en peso	0	0,1	0,5	0	0,1	0,5
NAV [N/5 cm]						
10 min	12	9	9	9	9	10
15 min	22	19	17	17	17	16
20 min	29	26	28	24	23	25
30 min	41	39	42	31	32	33
TAV [N/5cm]						
10 min	1	1	2	2	4	1
20 min	5	5	10	4	3	9
30 min	2	2	3	2	1	3
45 min	1	1	2	1	1	1
WSF [min]	34	105	>1440	13	>1440	>1440
Resistencia a la cizalla dinámica [N/mm <sup>2</sup> ]						
Después de 7 días de almacenamiento	1,4	1,6	2,0	0,7	1,4	1,8
Después de 14 días de almacenamiento	1,2	2,9	2,8	1,0	1,9	2,7

# ES 2 621 138 T3

(continuación)

Dispersión	3	3	3	4	4	4
Desecante en % en peso	0	0,1	0,5	0	0,1	0,5
NAV [N/5cm]						
10 min	15	12	13	10	10	8
15 min	24	19	21	22	17	12
20 min	28	27	27	27	25	23
30 min	38	33	33	34	31	32
TAV [N/5cm]						
10 min	1	1	3	2	1	1
20 min	8	8	7	4	6	8
30 min	2	3	7	2	3	4
45 min	2	2	2	1	2	4
WSF [min]	74	>144 0	>1440	53	>1440	>1440
Resistencia a la cizalla dinámica [N/mm <sup>2</sup> ]						
Después de 7 días de almacenamiento	0,9	1,3	1,3	1,1	1,4	1,8
Después de 14 días de almacenamiento	0,9	1,8	2,1	1,1	2,2	2,4

## REIVINDICACIONES

1. Composición acuosa que contiene
- 5 a) un polímero que se puede obtener mediante polimerización por radicales  
 b) ácido abiético y sus derivados  
 c) una sal de Mn de un ácido orgánico  
 d) dado el caso carga.
- 10 2. Composición de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada porque** el polímero está estructurado en al menos el 40 % en peso a partir de los denominados monómeros principales, seleccionados de (met)acrilatos de alquilo C1 a C20, ésteres de vinilo de ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de C, compuestos aromáticos de vinilo con hasta 20 átomos de C, nitrilos etilénicamente insaturados, halogenuros de vinilo, éteres de vinilo de alcoholes que contienen de 1 a 10 átomos de C, hidrocarburos alifáticos con 2 a 8 átomos de C y uno o dos dobles enlaces o mezclas de estos monómeros.
- 15 3. Composición de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizada porque** el polímero está compuesto en al menos el 40 % en peso de (met)acrilatos de alquilo C1 a C20.
4. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada porque** la temperatura de transición vítrea del polímero asciende a -60 a 0 °C.
5. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada porque** en el caso del polímero se trata de un polímero en emulsión y el polímero está presente en forma de una dispersión acuosa de polímero.
- 20 6. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada porque** el contenido de sólidos de la dispersión acuosa de polímero asciende a del 50 al 75, en particular del 55 al 70 % en peso.
7. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6 a 8, **caracterizada porque** la cantidad de ácido abiético o sus derivados asciende a de 1 a 300 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero.
8. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7 a 9, **caracterizada porque** en el caso de la sal de metal se trata de la sal de un ácido carboxílico, es decir, de un carboxilato.
- 25 9. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8 a 10, **caracterizada porque** en el caso de la sal de metal se trata de la sal de un ácido carboxílico con al menos 6 átomos de C.
10. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizada porque** en el caso de la sal de metal se trata de la sal de un ácido carboxílico con al menos 4 átomos de C.
- 30 11. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizada porque** la cantidad de la sal de Mn asciende a de 0,001 a 10 partes en peso con respecto a 100 partes en peso del ácido abiético o sus derivados.
12. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizada porque** la composición contiene de 10 a 400 partes en peso de cargas con respecto a 100 partes en peso del polímero.
- 35 13. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizada porque** el contenido de compuestos orgánicos con un punto de ebullición por debajo de 300 °C (1 bar) en la composición es inferior al 0,5 % en peso.
14. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizada porque** la composición no contiene grupos oxazolína.
15. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizada porque** no contiene otros reticulantes.
- 40 16. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizada porque** el contenido de sólidos de la composición asciende a del 50 al 95 % en peso.
17. Uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 16, como adhesivo.
18. Uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 17, como adhesivo de un componente (1 K), es decir, como adhesivo que no necesita antes del uso ninguna adición de otro reticulante o de otro compuesto reactivo.
- 45 19. Uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 17 como adhesivo para revestimientos de suelo.
20. Uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 17 como adhesivo para revestimientos de suelo flexibles, en particular para moquetas.

21. Uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18 como adhesivo para revestimientos de suelo, **caracterizado porque** el adhesivo se aplica sobre la base y a continuación se aplica el revestimiento de suelo.