

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 634 620**

51 Int. Cl.:

C08F 265/06 (2006.01) **C08L 33/08** (2006.01)

C08F 8/44 (2006.01)

C08L 51/06 (2006.01)

B29B 9/12 (2006.01)

B29K 33/04 (2006.01)

B29L 31/00 (2006.01)

C04B 103/00 (2006.01)

C04B 24/26 (2006.01)

C04B 40/00 (2006.01)

C04B 40/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2014** **E 14194656 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.05.2017** **EP 2881409**

54 Título: **Una formulación de revoque orgánico no cementoso con trabajabilidad mejorada**

30 Prioridad:

09.12.2013 US 201361913594 P

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

28.09.2017

73 Titular/es:

**ROHM AND HAAS COMPANY (100.0%)
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US**

72 Inventor/es:

**SOBCZAK, JEFFREY J. y
WESTMEYER, MARK**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 634 620 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

Una formulación de revoque orgánico no cementoso con trabajabilidad mejorada

La presente invención se refiere a composiciones de polvo de polímero redispersable en agua (RDP), más particularmente, se refiere a composiciones de RDP de un RDP de polímero acrílico multifase y un espesante asociativo aniónico seco para uso en composiciones de sistemas de aislamiento y acabado exteriores no cementosos (EIFS) tales como pinturas texturizadas y adhesivos cementosos para baldosas o formulaciones para revestimientos base en EIFS, y a métodos de fabricación y uso de los mismos.

Los sistemas de paredes exteriores multicapa tales como los sistemas de aislamiento y acabado exterior (EIFS) se usan ampliamente como superficies de paredes exteriores en edificios comerciales y residenciales. Tales sistemas multicapa se preparan convencionalmente cubriendo un sustrato tal como madera contrachapada o tablero de yeso con una capa de material aislante, cubriendo el material aislante con una capa base cementosa que tiene incrustada una malla de refuerzo y terminando con una composición de acabado de capa superior o exterior no cementosa que se aplica típicamente con una llana para formar una capa con un espesor de 0,1 a 2,5 cm. Tales composiciones de acabado exterior no sólo proporcionan aislamiento sino que también actúan como una barrera contra la entrada de humedad y proporcionan una función decorativa. Sin embargo, para uso en aplicaciones exteriores, las composiciones no cementosas deben tener una excelente trabajabilidad.

Las composiciones de mezcla en seco que contienen RDP para uso en composiciones de acabado externo se describen, por ejemplo, en el documento WO2012/024214, de Lefevre et al., que proporciona una composición de RDP que comprende una mezcla de dos polímeros, al menos uno de los cuales es capaz de proporcionar una textura deseada. La descripción menciona las limitaciones del tiempo de trabajo de los acabados de mezcla seca. Las composiciones de RDP descritas buscan permitir composiciones de capa de acabado de EIFS no cementosas para una mayor flexibilidad, pigmentabilidad y propiedades de texturización del producto. Sin embargo, las composiciones de RDP descritas en esta descripción se describen recurriendo a nombres comerciales y marcas que se usan para identificar fuentes de polímeros, pero no para definir los propios polímeros; y ninguna descripción hace referencia a composiciones específicas. De este modo, el alcance de las composiciones descritas parece ser prácticamente ilimitado, pero no definido. En general, la descripción de Lefevre et al. no proporciona ninguna mejora más allá de la inclusión de un polímero formador de textura en una composición de polvo de RDP y no se espera ninguna mejora en la trabajabilidad de una composición de revestimiento de acabado de EIFS húmeda fabricada a partir de la misma.

Los presentes inventores se han esforzado en encontrar una composición de mezcla de polvo seco fácilmente almacenada y transportada que ofrezca un rendimiento equivalente a las composiciones de revestimiento superior líquidas existentes sin los problemas de trabajabilidad encontrados en composiciones de mezcla seca conocidas.

Estado de la invención

1. De acuerdo con la presente invención, las composiciones estables en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca comprenden una composición de polvo de polímero redispersable en agua (RDP) que contienen B) un RDP de copolímero acrílico multifase y A) de 0,1 a 7,5% en peso o, preferentemente, de 0,25 a 2% en peso, basado en el peso total de A) y B), de un espesante asociativo aniónico seco elegido de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali modificado hidrófobamente (HASE), un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali y sus mezclas, teniendo el RDP de copolímero acrílico multifase B) una fase externa de resina soluble en álcali que contiene un grupo de sal de metacrilato de calcio y una o más fases internas, conteniendo el RDP adicionalmente uno de uno o más agentes de nucleación que tienen un punto de ebullición de 150°C a 500°C y una solubilidad en agua de 3,5% o menos, y uno o más estabilizantes coloidales, preferentemente, poli(alcohol vinílico) (PVOH), en las que cuando el copolímero acrílico multifase se dispersa en agua la una o más fases internas comprende un (co)polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea (T_g) de -10 a 15°C, o preferentemente de -5 a 5°C, calculada usando la ecuación de Fox y en la que la relación en peso de la fase exterior de resina soluble en álcali a la una o más fases interiores varía de 1:19 a 2:3, o, preferentemente, de 1:19 a 1:4, adicionalmente en las que el espesante asociativo aniónico seco, el estabilizante coloidal, el agente de nucleación y el copolímero acrílico multifase están contenidos en la misma partícula.

2. La composición de acuerdo con 1, anterior, en la que el A) espesante asociativo aniónico seco se elige de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali hidrófobamente modificado (HASE), tal como, por ejemplo, aquellos que contienen, en forma copolimerizada, de 20 a 69,5% en peso de al menos uno de ácido metacrílico y ácido acrílico, de 0,5 a 25% en peso de al menos un monómero de fórmula H₂C=C(R)-C(O)-O-(CH₂CH₂O)_nR' (I) en la que R es H o CH₃, n es al menos 2 y R' es un radical que tiene de 8 a 30 átomos de carbono y es al menos uno de alquilo, alquilarilo y alquilo policíclico sustituido o no sustituido, preferentemente, alquilo de C₁₂ a C₁₈ de 30 a 79,5% en peso de al menos un acrilato de alquilo y/o metacrilato de alquilo en el que el grupo alquilo tiene de 1 a 4 átomos de carbono y de 0 a 1,0% en peso de un monómero polietilénicamente insaturado, tal como, por ejemplo, metacrilato de alilo, un di(met)acrilato de glicol o di(met)acrilato de poliglicol o ftalato de dialilo, todos en % en peso basado en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero, un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali, tal como, por ejemplo, los que contienen, en forma copolimerizada, de 15 a 40% en peso de

ácido acrílico o ácido metacrílico, de 59 a 84,95% en peso de un acrilato de alquilo de (C₂-C₈) y de 0,01 a 1% en peso, o preferentemente, de 0,05 a 0,8 por ciento en peso de un monómero polietilénicamente insaturado, tal como, por ejemplo, metacrilato de alilo, di(met)acrilato de glicol o un di(met)acrilato de poliglicol o ftalato de dialilo, todos los % en peso basados en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero, y sus mezclas.

5 3. La composición de acuerdo con 1 o 2, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene, en forma copolimerizada, un agente de reticulación, tal como, por ejemplo, metacrilato de alilo (ALMA), metacriloxipropiltrimetoxisilano (MATS), dimetacrilato de butilenglicol y metacrilato de acetoacetoxi etilo (AAEM) en el intervalo de 0 a 2,0% en peso, tal como 0,05% en peso o más, o, preferentemente, de 0,25 a 1,0% en peso, basado en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero.

10 4. La composición de acuerdo con 1, 2 o 3, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene un residuo de agente de transferencia de cadena, tal como, por ejemplo, n-dodecilmercaptano (nDDM) o mercaptopropionato de metilo (MMP), en el intervalo de 0,05 a 1,0% en peso, o, preferentemente, de 0,25 a 0,75% en peso, basado en el peso total de los monómeros y agentes de transferencia de cadena usados para fabricar el copolímero.

15 5. La composición de acuerdo con 1, 2, 3 o 4, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene de 0,1 a 30% en peso del uno o más estabilizantes coloidales, por 100 partes en peso de sólidos de copolímero acrílico multifase.

20 6. La composición de acuerdo con 1, 2, 3, 4 o 5, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase comprende además uno o más agentes hidrófobos, tales como, por ejemplo, oleato de sodio o laurilsulfato de sodio en el intervalo 0,5 a 10% en peso, basado en sólidos secos de copolímero acrílico multifase.

7. La composición de acuerdo con 1, 2, 3, 4, 5 o 6, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase comprende además una o más ayudas antiaglomerantes, tales como, por ejemplo, sienita nefelínica, arcilla de caolín, sílice, dolomita, talco, carbonato de calcio o sus mezclas.

25 8. La composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, anteriores, que comprende además un material inorgánico seco seleccionado de un material cementoso y un material no cementoso. Dicha composición puede tener un porcentaje de concentración en volumen de pigmento (% de PVC) de 50-99% o, 98% o menos, o, preferentemente, de 65-85%.

30 9. La composición de acuerdo con 8, anterior, en la que el material seco inorgánico es no cementoso y la composición comprende de 40 a 80% en peso de dióxido de silicio, agregados, arena o sus mezclas, de 0 a 10% en peso de uno o más extensores, c) de 0 a 10% en peso de uno o más pigmentos, tales como dióxido de titanio, de 10 a 20% en peso del B) RDP de copolímero acrílico multifase y de 0,1-3,0% del A) espesante asociativo aniónico seco, todos los % en peso basados en el peso total de la composición.

35 10. En otro aspecto de la presente invención, los métodos para fabricar un polvo de polímero redispersable en agua para uso en aplicaciones de mezcla seca comprenden proporcionar una dispersión acuosa que contiene uno o más estabilizantes coloidales, preferentemente PVOH, y un copolímero acrílico multifase que tiene una fase exterior de resina soluble en álcali que comprende grupos ácido metacrílico y una o más fases interiores, uno o más agentes de nucleación que tienen un punto de ebullición de 150°C a 500°C y una solubilidad en agua de 3,5% o menos, en el que cuando el copolímero acrílico multifase se dispersa en agua, una o más fases interiores comprende un (co)polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de -10 a 15°C, o preferentemente de -5 a 5°C, calculada usando la ecuación de Fox, y atomizar la composición resultante, tal como, por ejemplo, por secado por pulverización, en presencia de 0,75 a 3% en peso, o preferentemente de 1,0% a 2,4% en peso de hidróxido de calcio o cal acuosa, en base al peso total de los sólidos de RDP, para formar un polvo de polímero redispersable en agua, proporcionar separadamente una mezcla acuosa de un espesante asociativo aniónico elegido de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali modificado hidrófobamente (HASE), un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali, o sus mezclas en una cantidad de 0,1 a 7,5% en peso o, preferentemente, de 0,25 a 2% en peso, basado en el peso total de sólidos en la mezcla acuosa y la dispersión acuosa, atomizar la mezcla acuosa para formar un espesante asociativo aniónico seco y mezclar el espesante asociativo aniónico seco y el polvo de polímero redispersable en agua .

50 11. De acuerdo con otro aspecto más, la presente invención proporciona métodos de uso de las composiciones de cualquiera de 8 o 9 anteriores, que comprenden añadir agua a la composición para formar una composición extensible, aplicar la composición extensible a un sustrato y secar o permitir que se seque la composición aplicada .

A lo largo de la memoria descriptiva, cualquier referencia al porcentaje o porcentaje de peso, etc., se expresa en términos de peso en seco de la composición a menos que se especifique lo contrario. Además, todas las gamas indicadas en la memoria descriptiva son inclusivas y combinables.

55 A menos que se indique lo contrario, todas las unidades de temperatura y presión son la temperatura ambiente y la presión estándar.

Todas las frases que comprenden paréntesis denotan cualquiera o ambas de la materia incluida entre paréntesis y su ausencia. Por ejemplo, la frase "(met)acrilato" incluye, como alternativa, acrilato y metacrilato.

5 Tal como se usa aquí, el término "acrílico" se refiere a polímeros que comprenden el producto de polimerización de mezclas de monómeros que contienen más del 50%, basado en los sólidos de monómero totales, de cualquier monómero acrílico tal como, por ejemplo, acrilatos, metacrilatos, (met)acrilamidas y ácidos (met)acrílicos.

10 Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, la frase "tamaño medio de partícula" de una partícula de polvo de polímero redispersable en agua se refiere al diámetro de partícula o a la dimensión más grande de una partícula en una distribución de partículas de polvo determinada por dispersión de luz láser tal que el 50% en peso de las partículas en la distribución son más pequeñas que la partícula y el 50% en peso de las partículas en la distribución son mayores que la partícula. Para las partículas redispersadas, se midió la distribución del tamaño de partícula usando un analizador de tamaño de partícula Coulter™ LS 230 (Beckman Coulter, Brea, California) según procedimientos recomendados por el fabricante mediante dispersión láser. La luz de dispersión de partículas por medio de dispersión láser y la dispersión diferencial de intensidad de polarización se recoge en función del ángulo, y posteriormente se convierte en una distribución de tamaño de partícula. Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, el término "tamaño medio de partícula" para partículas de látex o de emulsión se refiere a un tamaño medio de partícula en peso medido por dispersión dinámica de luz usando un analizador de tamaño de partícula 90PLUS™ de Brookhaven Instruments Corporation (Holtsville, NY) por recomendaciones del fabricante.

Tal como se usa aquí, la expresión "mezcla seca" se refiere a cualquier composición seca que permanece fluida cuando está seca y no reacciona hasta que se expone a la humedad.

20 Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, la expresión "temperatura de transición vítrea" o "T_g" es la temperatura de transición vítrea de un copolímero calculada usando la ecuación de Fox (Bulletin of the American Physical Society 1, 3 página 123 (1956)), como sigue:

$$1/T_g = w_1/T_{g(1)} + w_2/T_{g(2)}$$

25 Para un copolímero, w_1 y w_2 se refieren a la fracción en peso de los dos monómeros, basada en el peso de los monómeros cargados en el recipiente de reacción, y $T_g(1)$ y $T_g(2)$ se refieren a las temperaturas de transición vítrea de los dos homopolímeros correspondientes en grados Kelvin. Para los polímeros que contienen tres o más monómeros, se añaden términos adicionales ($w_n/T_{g(n)}$). Las temperaturas de transición vítrea de los homopolímeros para monómeros adecuados útiles en la presente invención se describen en "Polymer Handbook", editado por J. Brandrup and E. H. Immergut, Interscience Publishers, 1966.

30 Tal como se usa aquí, la expresión "T_g medida" se refiere a ese valor medido por calorimetría diferencial de barrido (DSC), en la que el polímero se prepara y mantiene en ausencia de amoníaco o amina primaria y a continuación se seca, se precalienta a 120°C, se enfría rápidamente a -100°C, y a continuación se calienta a 150°C, a una velocidad de 20°C/minuto mientras se recogen los datos. La temperatura de transición vítrea para el polímero se mide en el punto medio de la inflexión usando el método de media altura.

35 Tal como se usa aquí, a menos que se indique lo contrario, la frase "peso molecular" se refiere al peso molecular promedio en peso medido por cromatografía de permeación de gel (GPC) contra un conjunto de estándares de poliestireno de un tamaño suficientemente pequeño (es decir, P_m suficientemente bajo) para resolver el peso molecular del analito.

40 Como se usa aquí, el término "polímero" se refiere, como alternativa, a un polímero hecho de uno o más monómeros diferentes, tal como un copolímero, un terpolímero, un tetrapolímero, un pentapolímero, etc., y puede ser cualquiera de un polímero al azar, de bloques, de injerto, secuencial o de gradiente. De este modo, el término "polímero" incluye copolímeros y polímeros dentro de su alcance.

45 Como se usa aquí, la expresión "% de PVC" significa la cantidad dada por la ecuación: $PVC(\%) = V_{\text{pigmento}} / (V_{\text{pigmento}} + V_{\text{aglomerante}}) \times 100$, en la que V_{pigmento} representa el volumen de pigmento dentro de la composición, y $V_{\text{aglomerante}}$ representa el volumen de aglomerante polimérico dentro de la composición.

Como se usan aquí, las expresiones "polvo de polímero redispersable en agua", "polvo de polímero redispersable" y "RDP" se usan indistintamente y se refieren a un polvo que contiene polímero que puede dispersarse fácilmente en agua desionizada para proporcionar una distribución de tamaño de partícula del tamaño de partícula original del polímero de látex o emulsión usado para hacer el polvo.

50 Como se usa aquí, la expresión "sustancialmente libre de tensioactivos" significa una composición que contiene menos de 5.000 ppm de tensioactivo, basado en el peso total de sólidos de la composición o, preferentemente, menos de 2.500 ppm.

Tal como se usa aquí, la expresión "solubilidad en agua" se refiere a la cantidad de un material dado que se disuelve visiblemente en agua a temperatura ambiente, expresada como un porcentaje del peso o masa total de agua usada.

Así, por ejemplo, si 5 gramos de un material se disuelven en 100 g de agua, la solubilidad en agua de ese material es de 5%.

5 Tal como se usa aquí, la expresión "no cementoso" se refiere a composiciones inorgánicas que están sustancialmente libres de materiales que contienen silicato de calcio que reaccionan con agua y se endurecen para producir un material insoluble en agua.

Tal como se usa aquí, el término "cementoso" se refiere a composiciones inorgánicas que se curan hidráulicamente que tienen silicatos alcalinos, tales como cemento Portland.

10 Tal como se usa aquí, la expresión "sustancialmente libre de cemento" significa menos del 5% en peso, preferentemente menos del 2% en peso y más preferentemente menos del 1% en peso de cemento, basado en el peso seco total de la composición de acabado exterior.

Tal como se usa aquí, a menos que se especifique lo contrario, la frase "% en peso" significa porcentaje en peso y se expresa en términos de peso seco o sólidos. El término "sólidos" excluye volátiles y agua.

15 Los presentes inventores han descubierto que los espesantes asociativos aniónicos secos en polvos de polímero redispersables en agua de copolímero acrílico multifase proporcionan una trabajabilidad equivalente y facilidad de uso como una formulación de polímero en emulsión húmeda cuando se usan en la fabricación de capas finales no cementosas para aislamiento exterior y sistemas de acabado. Tal resultado se logró mediante la adición de polvo de cal ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) al látex precursor de la dispersión acuosa de copolímero acrílico multifase y al espesante asociativo aniónico antes de secarlo. El producto secado por pulverización resultante tiene una combinación deseable de resistencia al frotamiento y trabajabilidad. Los RDPs de copolímero acrílico multifase que contiene grupos de sal de metacrilato de calcio son fluidos y estables en el almacenamiento y proporcionan un rendimiento mejorado cuando se usan en la fabricación de capas finales no cementosas para aislamiento exterior y sistemas de acabado. La trabajabilidad de una formulación de EIFS o estuco mejora con el aumento de la porción hinchable en álcali de la envoltura del copolímero acrílico multifase del que se deriva el RDP y que incluye el espesante asociativo aniónico. Además, la incorporación de espesantes asociativos aniónicos secos permite una mayor flexibilidad en la trabajabilidad aceptable con los niveles de adición de agua, mientras que el exceso de agua podría dar más fácilmente formulaciones que exhiben pobre extensibilidad, pobre comportamiento de flotación, o pobre aplicabilidad de textura.

20 Los espesantes asociativos aniónicos adecuados para su uso en la presente invención se pueden elegir de emulsiones solubles en álcali (ASE), o copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali modificado hidrófobamente (HASE), tales como los vendidos como Acrysol™ ASE-60, TT-615, Rheolate™ 101 (Dow, Midland, MI). Tales espesantes asociativos aniónicos secos pueden ser, por ejemplo, los descritos en la publicación de patente EP nº.EP13836 de Chang et al., o patente de EE.UU. no. 3,994,980 de DeTommaso.

25 Los métodos de fabricación de las composiciones de la presente invención incluyen tanto la atomización del espesante asociativo aniónico con la dispersión acuosa de copolímero acrílico multifase para hacer una composición de RDP, o la atomización del espesante asociativo aniónico por separado como su adición a una composición de RDP de polvo de polímero redispersable en agua.

30 El espesante asociativo aniónico seco mejora la trabajabilidad si se usa en la cantidad descrita. Sin embargo, incluir demasiado (> 2% en peso, basado en sólidos de la mezcla seca total, incluyendo materiales inorgánicos) del espesante asociativo aniónico seco en una composición de mezcla seca impedirá la resistencia a la intemperie o la resistencia al lavado de materiales que contienen las composiciones.

35 El copolímero acrílico multifase de RDP de la presente invención comprende un estabilizante coloidal. Preferentemente, el RDP comprende un estabilizante coloidal. El estabilizante coloidal puede estar presente en una cantidad de 0,1 a 30% en peso, o, preferentemente, hasta 20% en peso, o más preferentemente en una cantidad de 2,0 a 10,0% en peso, basado en el peso seco total del RDP.

40 Preferentemente, para evitar el uso de exceso de tensioactivo, al menos una porción de la cantidad total de estabilizante coloidal dentro del RDP de copolímero acrílico multifase está presente durante la polimerización del copolímero acrílico multifase que contiene grupos carboxilo. Preferentemente, la cantidad total de estabilizantes coloidales incluidos dentro del RDP se añade durante la polimerización del copolímero acrílico multifase que contiene grupos carboxilo. Preferentemente, el RDP comprende un estabilizante coloidal en una cantidad de 0,05 a 15% en peso, basado en el peso total de sólidos de monómero. Más preferentemente, el estabilizante coloidal se añade en una cantidad de 0,1 a 15% en peso, incluso más preferentemente de 2,0 a 4,0% en peso. Los tensioactivos aniónicos y no iónicos también se pueden usar en la polimerización en cantidades de menos del 0,5% en peso del total de sólidos en polvo de polímero redispersable en agua.

45 Preferentemente, el estabilizante coloidal usado en la presente invención se selecciona de: poli(alcoholes vinílicos) (PVOH) de varios pesos moleculares conocidos y grados de hidrólisis, por ejemplo, poli(alcoholes vinílicos) parcialmente hidrolizados; agentes quelantes, tales como, por ejemplo, tetraacetato de etilendiamina;

poliacrilamidas; polivinilpirrolidonas; polisacáridos; poli(ácido vinilsulfónico); celulosa; éteres de celulosa; poliésteres; y sus mezclas. Más preferentemente, el estabilizante coloidal es PVOH.

El RDP de copolímero acrílico multifase de la presente invención comprende un agente de nucleación. Los agentes de nucleación adecuados incluyen cualquier compuesto que tenga un punto de ebullición de al menos 150°C, preferentemente de al menos 200°C y un máximo de 500°C, preferentemente un máximo de 400°C, y una solubilidad en agua de 3,5% o menos, preferentemente 1,0% o menos, más preferentemente 0,5% o menos. Sin embargo, para asegurar que el agente de nucleación está dentro del RDP, el agente de nucleación no debe ser volátil bajo las condiciones de procesamiento del RDP. Preferentemente, la cantidad total de agente de nucleación dentro del RDP está presente durante la polimerización del copolímero acrílico multifase que contiene grupos carboxilo. Preferentemente, el copolímero acrílico comprende de 0,1 a 4,0% en peso, más preferentemente de 0,5 a 3,0% en peso, aún más preferentemente de 1,0 a 2,0% en peso del agente o agentes de nucleación. Estos agentes de nucleación se incluyen preferentemente durante la primera fase de copolimerización del polímero acrílico que contiene grupos carboxilo multifase o antes o durante la polimerización para formar la fase de resina soluble en álcali.

Los agentes de nucleación adecuados se pueden seleccionar de (alquilo de C₃ a C₁₀)-glicol-éteres; fenil-glicol-éteres, tales como etilenglicol-fenil-éter; (alquilo de C₃ a C₁₀)-diglicol-éteres, tales como dipropilenglicol-(n-butyl)-éter; (alquilaril de C₃ a C₁₀)-glicol-éteres, tales como etilenglicol-octilfenil-éter; (alquilaril de C₃ a C₁₀)-diglicol-éteres, tales como dipropilenglicol-butilfenil-éter; ésteres de alquilo de C₃ a C₉ de ácidos alcanóicos, tales como isobutiratos de alquilo e isobutiratos de alquilo ramificados, como monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol; ésteres de alquilo de C₃ a C₁₀ de ácidos alcanodíicos de C₃ a C₉, tales como succinato de butilo; diésteres de alquilo de C₃ a C₁₀ de ácidos alcanóicos de C₃ a C₉, tales como bis-2-metil-propionato de 2,2-dimetil-1-metiletil-1,3-propanodiilo; y ésteres de dialquilo de C₃ a C₁₀ de ácidos alcanodíicos de C₃ a C₉, tales como glutarato de diisobutilo, succinato de diisobutilo, adipato de diisobutilo; y sus mezclas. Preferentemente, el agente de nucleación se selecciona de isobutiratos de alquilo lineales o ramificados. Los ejemplos de agentes de nucleación adecuados se muestran en la Tabla 1, a continuación.

25 Tabla 1

Agente de nucleación	BP (°C)	Solubilidad en H ₂ O
bis-2-metil propionato de 2,2-dimetil-1-metiletil-1,3-propanodiilo	344	Despreciable
Glutarato de diisobutilo (55-65%); Succinato de diisobutilo (15-25%); Adipato de diisobutilo (10-25%)	274-289	Despreciable
Etilenglicol-fenil-éter (DALPAD ^{1M,1} A)	244	2,5%
Etilenglicol-fenil-éter (DOWANOL ^{1M,1} EPh)	244	3,1%
Monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol	254	0,1%
Propilenglicol-fenil-éter	243	2,0%
Dipropilenglicol-(n-butyl)-éter	230	4,5%
Etilenglicol-octilfenil-éter	250	Despreciable
¹ Dow Chemical Co., Midland, MI		

Preferentemente, el copolímero acrílico multifase de la presente invención comprende, en forma polimerizada, de 0,1 a 20% en peso, basado en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero, de ácido metacrílico o ácido metacrílico con hasta 5% en peso, basado en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero, de otro monómero que contiene grupo carboxilo. Más preferentemente, el copolímero comprende, en forma copolimerizada, de 0,5 a 5,0% en peso, aún más preferentemente, de 1,0 a 3,5% en peso de ácido metacrílico, basado en el peso total de monómeros usados para fabricar el copolímero.

Los monómeros que contienen carboxilo adecuados incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido fumárico, anhídrido acrílico, anhídrido metacrílico, semiésteres de anhídrido maleico/fumárico/itacónico, anhídrido maleico y anhídrido itacónico. Preferentemente, el monómero que contiene carboxilo es ácido (met)acrílico.

El copolímero acrílico multifase comprende una fase externa de resina soluble en álcali y una o más fases internas. La proporción relativa, expresada en términos de una relación en peso, de la fase externa de resina soluble en álcali a la una o más fases internas es de 1:19 a 2:3. Preferentemente, la relación en peso de la fase externa de resina soluble en álcali a la una o más fases internas es de 1:19 a 1:4, aún más preferentemente de 1:19 a 3:17.

5 Los copolímeros acrílicos multifase de la presente invención forman una estructura de núcleo/envoltura en agua con la fase de resina soluble en álcali situada en el exterior de la partícula de polímero, ya sea como resultado de injerto o fisisorción. De este modo, los grupos carboxilo en el copolímero están situados en la superficie de las partículas de polvo de copolímero redispersable. La inclusión de un agente de nucleación ayuda a asegurar la cobertura de la(s) fase(s) interna(s) de la partícula de copolímero acrílico multifase con la resina soluble en álcali y, de este modo, mejora la estabilización coloidal del núcleo. Además, la reducción o eliminación del requerimiento de tensioactivo de la producción de copolímero multifase permite una resina soluble en álcali de tamaño de partícula relativamente mayor que ayuda a estabilizar coloidalmente la(s) fase(s) interna(s) del copolímero acrílico en el RDP.

10 Los copolímeros acrílicos multifase de la presente invención se producen usando técnicas de copolimerización en emulsión convencionales, tal como se describe en la patente de EE.UU. No. 5.403.894, excepto que la copolimerización a partir de la resina soluble en álcali tiene lugar en presencia de un agente de nucleación y, preferentemente, en una mezcla de polimerización que está sustancialmente libre de tensioactivos. Se pueden usar iniciadores de polimerización térmica convencionales tales como sales persulfato, y/o iniciadores redox, tales como peróxidos con sales de bisulfito.

15 En general, se pueden usar dos técnicas de copolimerización; y todas las fases de polimerización, excepto una, comprenden un monómero polifuncional para injertar conjuntamente las fases de polímero. La técnica uno comprende polimerizar en emulsión una mezcla de monómeros de un ácido o anhídrido carboxílico etilénicamente insaturado y uno o más monómeros no iónicos, tales como un (met)acrilato de alquilo, estireno, estireno sustituido con alquilo, (met)acrilamida o metacrilato de hidroxialquilo, en presencia de un monómero polifuncional para formar una resina soluble en álcali, neutralizar la resina soluble en álcali con una base de amina y, en una segunda fase, formar una mezcla monomérica de uno o más monómeros no iónicos, combinar los monómeros de la segunda fase con la resina soluble en álcali y polimerizar la mezcla de monómeros para formar los copolímeros de la presente invención. En una variante de esta técnica, el monómero polifuncional es parte de la mezcla de monómeros de la segunda fase, no la mezcla de monómeros que forma la resina soluble en álcali, y se polimeriza en presencia de la resina soluble en álcali neutralizada para formar el polímero de fase interna.

20 Una segunda técnica de polimerización, como se describe en la patente de EE.UU. No. 4.916.171, comprende polimerizar en emulsión una mezcla de monómeros de uno o más monómeros no iónicos en presencia de un monómero polifuncional para formar un polímero de fase interna y, en una fase subsiguiente, formar una mezcla de monómeros de un ácido o anhídrido carboxílico etilénicamente insaturado y uno o más monómeros no iónicos y combinar la mezcla de monómeros con la fase interna y polimerizar la mezcla para formar el copolímero. Con tal de que haya una fase de resina soluble en álcali, se pueden copolimerizar fases de monómeros no iónicos adicionales junto con la adición de un monómero polifuncional para fabricar copolímeros multifase. En la polimerización, la temperatura en cada fase puede estar comprendida entre 20 y 105°C, o preferentemente entre 50 y 95°C.

25 La relación en peso resultante de los sólidos totales de uno o más copolímeros de fase interna con respecto al polímero de resina soluble en álcali puede variar de 19:1 a 3:2, o, preferentemente de 19:1 a 1:4, o, más preferentemente, de 19:1 a 3:17. En cualquier polimerización, la fase inicial puede estar formada por polimerización de semillas según métodos convencionales.

30 Los monómeros no iónicos adecuados para la preparación de los copolímeros acrílicos multifase se pueden elegir de acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de butilo, (met)acrilamida metilada y metilmetacrilamida, (met)acrilato de hidroxietilo. Los monómeros no iónicos deben comprender 5% en peso o menos de cualquier monómero hidroxialquilo o metilado o monómero que contiene grupo amida. La selección de monómeros no iónicos que dan una fase polimérica que tiene una Tg deseada es convencional en la técnica.

35 Los monómeros polifuncionales adecuados pueden ser de (a) monómeros multi-etilénicos que tienen dos o más sitios de insaturación, tales como, por ejemplo, ésteres de alilo, metalilo, vinilo, dicilopentenilo y crotilo de ácidos acrílico y metacrílico, divinilbenceno, di(met)acrilatos de (poli)glicol, tales como dimetacrilato de dietilenglicol; y poli(met)acrilatos de polialcohol, tales como trimetacrilato de trimetilolpropano; (b) agentes de transferencia de cadena reactivos que tienen dos o más átomos extraíbles, tales como, por ejemplo, bromotriclorometano; bromoformo; tetracloruro de carbono; y tetrabromuro de carbono; y (c) monómeros polifuncionales híbridos que tienen uno o más sitios de insaturación y uno o más átomos extraíbles, tales como, por ejemplo, alil-, metalil-, y crotil-mercaptano; éteres vinílicos y tioéteres vinílicos de cicloalquenoles y cicloalquenoioles. Los monómeros polifuncionales preferidos incluyen (met)acrilato de alilo o metalilo, N-metalil-vinilamidas de ácido acrílico y ácido metacrílico; y alilmercaptano. Las cantidades útiles de monómeros polifuncionales varían de 0,01 a 5% en peso, basado en el peso total de monómeros en la mezcla de monómeros en la que se usan, o, preferentemente, de 0,25 a 3,0% en peso %.

El RDP de copolímero acrílico multifase de la presente invención puede comprender otros polímeros mezclados con el copolímero acrílico multifase con tal de que la cantidad, en forma copolimerizada, de ácido metacrílico, basada en el peso total de los sólidos poliméricos totales, permanezca de 0,1 a 20% en peso. Tales otros polímeros pueden ser, por ejemplo, cualquier (co)polímero no iónico, tal como una poliolefina, éster de olefina-vinilo, por ejemplo, copolímeros de etileno-acetato de vinilo, (met)acrilatos de alquilo, estireno o estireno acrílico. Las mezclas pueden comprender de 20 a 80% en peso, o, preferentemente, de 30 a 70% en peso o, más preferentemente, de 40 a 60% en peso de tales (co)polímeros no iónicos, basados en sólidos poliméricos totales en el RDP.

El RDP de copolímero acrílico multifase de la presente invención puede comprender polímeros que son el producto de copolimerización de adición de 0,001 a 5% en peso, o preferentemente de 0,1 a 1,0% en peso, basado en el peso total de monómeros usados para hacer el copolímero de un monómero que contiene grupo sililo, tal como γ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano o viniltrialcoxisilanos o un monómero que contiene benzofenona, tal como vinilbenzofenona.

Preferentemente, las composiciones de RDP comprenden además un agente antiaglomerante. Si está presente, la cantidad total de agente antiaglomerante incluido en los intervalos de composición es de 3,0 a 30,0% en peso, preferentemente de 8,0 a 15,0% en peso, basado en el peso seco total del RDP de copolímero acrílico multifase. Preferentemente, el agente antiaglomerante se selecciona de arcilla de caolín, silicato de alúmina, dolomita, carbonato de calcio, dolomita, minerales de silicato y sus mezclas. Más preferentemente, el agente antiaglomerante se selecciona de arcilla de caolín, silicato de alúmina y sus combinaciones. Los silicatos de alúmina preferidos son MINEX™ Industrial Grade Nos. 16 a 60 (tamaño aproximado de malla), es decir, composiciones que comprenden dióxido de silicio, óxido de aluminio, óxido de hierro y óxido de sodio, óxido de calcio, óxido de magnesio y óxido de sodio que tienen un tamaño de partícula de malla de menos de 1,18 mm (nº 16), preferentemente menos de 150 μ m (nº 60).

Además, el RDP de copolímero acrílico multifase puede comprender otros aditivos convencionales tales como, por ejemplo, agentes antiespumantes, típicamente presentes en una cantidad de hasta 1,5% en peso, basado en los sólidos totales. Otros aditivos que se pueden emplear, en cantidades convencionales, incluyen una o más sales, tales como CaCl_2 , MgCl_2 , monosacáridos, disacáridos, dispersantes o superplastificantes.

Las composiciones de RDP de la presente invención se pueden formar atomizando para secar una mezcla de dispersión acuosa que comprende el copolímero acrílico multifase, cal acuosa o hidróxido de calcio y, si se desea, estabilizante coloidal adicional y/o componentes opcionales, por ejemplo, un agente antiaglomerante para formar un RDP y, por separado, atomizar un espesante asociativo aniónico acuoso, seguido de la mezcla del RDP y el espesante asociativo aniónico seco. Preferentemente, el secado de la mezcla acuosa comprende el secado por pulverización. El secado por pulverización se puede llevar a cabo en instalaciones de secado por pulverización habituales, realizándose la atomización por medio de boquillas de un solo fluido, dos fluidos o multifluido o un atomizador de disco giratorio. En general, se puede emplear aire, nitrógeno o aire enriquecido en nitrógeno como gas de secado, siendo la temperatura de entrada del gas de secado generalmente no superior a 200°C, preferentemente de 110°C a 180°C, más preferentemente de 130°C a 170°C. La temperatura de salida puede ser generalmente de 45°C a 120°C, preferentemente de 60°C a 90°C, dependiendo de la planta, de la Tg de la resina y del grado deseado de secado. En un ejemplo, la viscosidad de la alimentación a secar por pulverización se puede ajustar vía el contenido en sólidos de modo que se obtiene un valor de menos de 1.000 mPas (viscosidad Brookfield a 20 rpm y 23°C), preferentemente menos de 250 mPas. El contenido de sólidos de la mezcla a secar por pulverización puede ser generalmente del 25% al 60% en peso, preferentemente del 35% al 50% en peso, basado en el peso total de la dispersión.

La cantidad de hidróxido de calcio o de cal acuosa usada en los métodos de preparación del RDP de la presente invención puede expresarse mediante una relación en peso de hidróxido de calcio o cal a ácido metacrílico de 0,7:1 a 2,6:1, o preferentemente de 0,7:1 a 1,23:1, en el que el peso del ácido metacrílico es la cantidad de ácido metacrílico usada para fabricar el copolímero acrílico multifase.

Las composiciones de RDP de la presente invención tienen una variedad de usos, incluyendo como aditivos funcionales en una amplia gama de composiciones tales como en composiciones de acabado exterior no cementosas tales como, por ejemplo, una formulación de capa superior texturizada y, opcionalmente, pigmentada para su uso en un sistema de aislamiento y acabado exterior (EIFS); y en adhesivos cementosos para baldosas y composiciones de capa base de EIFS.

Como se usa aquí, "agregado" se refiere a cualquier material que imparte textura superficial a una capa seca de la composición de acabado exterior resultante, preferentemente una arena o, más preferentemente, una arena que contiene dióxido de silicio. Preferentemente, el agregado está presente en una cantidad de 50 a 70% en peso, basado en el peso en seco de la formulación.

La mezcla seca de la presente invención se refiere a la composición de RDP o a la composición de RDP con materiales secos inorgánicos. La mezcla seca permanece estable en el almacenamiento con tal de que esté seca. Una vez mojada o húmeda, se debe usar inmediatamente o formará un bloque o se curará y se volverá inutilizable en una aplicación posterior.

Las composiciones o formulaciones de mezcla seca de la presente invención pueden incluir además un pigmento. El pigmento puede ser un pigmento inorgánico, por ejemplo, un pigmento de titanio, aluminio, cobalto, cobre, hierro, cromo, plomo, manganeso, titanio o estaño, o el pigmento puede ser un pigmento orgánico, por ejemplo, negro de carbono. Preferentemente, el pigmento es un pigmento inorgánico, más preferentemente un pigmento de titanio y más preferentemente dióxido de titanio (TiO₂). Cuando está presente, la formulación de mezcla seca comprende preferentemente dicho pigmento(s) en una cantidad no superior al 10% en peso, preferentemente de 1 a 10% en peso, basado en el peso total de la formulación de mezcla seca.

Las composiciones de mezcla seca de la presente invención pueden comprender además una o más partículas de carga o extensor. Tales partículas de carga o extensor se incluyen para proporcionar opacidad a la composición de acabado. Si están presentes, las partículas de carga o extensor se incluyen preferentemente en una cantidad de 2 a 30% en peso, más preferentemente de 4 a 25% en peso, incluso más preferentemente de 10 a 15% en peso, basado en el peso en seco de la formulación. Los productos de carga o extensor preferidos se seleccionan de arcilla, carbonato de calcio, silicatos, particularmente silicatos de alúmina, talcos, dolomita, minerales de silicato y sus combinaciones. Lo más preferentemente, las partículas de carga o extensor se seleccionan de carbonato de calcio, silicatos y sus combinaciones.

Las composiciones de mezcla seca de la presente invención pueden comprender, además de los componentes identificados anteriormente, uno o más aditivos convencionales tales como, por ejemplo, modificadores de reología, espesantes, antiespumantes, aditivos de tinción, promotores de adhesión, estabilizantes de UV como benzofenona, biocidas, mildiucidas y/o agentes anticongelantes, todos los cuales son bien conocidos en la técnica y están disponibles de fuentes comerciales. Estos componentes pueden añadirse húmedos en el momento del uso o secos antes de su uso.

Las composiciones de mezcla seca de la presente invención pueden comprender además un agente hidrófobo. Preferentemente, el agente hidrófobo se selecciona de compuestos de éster o sulfonato que comprenden un grupo alquilo lineal o ramificado que comprende al menos 8, más preferentemente al menos 12 átomos de carbono, un grupo arilo o arilalquilo o sus sales, preferentemente sales de sodio, zinc, calcio, potasio o amonio. Todavía más preferentemente, el agente hidrófobo se selecciona de laurilsulfato de sodio (SLS), oleato de sodio, estearato de sodio, dodecibencenosulfonato de sodio o una de sus sales de cinc, calcio, potasio o amonio. Todavía más preferentemente, el compuesto hidrófobo es SLS. En tales composiciones, el agente hidrófobo está preferentemente presente en una cantidad, basada en los sólidos poliméricos totales, de 0,1 a 10% en peso, más preferentemente de 0,5 a 7,5% en peso. Este se puede añadir antes, durante o después de la atomización para fabricar el RDP.

Además de los componentes mencionados anteriormente, las composiciones de mezcla seca de la invención pueden comprender uno o más componentes adicionales, preferentemente un estabilizante coloidal adicional. En tales composiciones, el estabilizante coloidal está preferentemente presente en una cantidad, basada en los sólidos poliméricos totales, de no más de 20% en peso, más preferentemente no más de 5% en peso. Los estabilizantes coloidales adecuados y preferidos son como se indica anteriormente.

Preferentemente, una composición de acabado exterior (capa superior) de acuerdo con la presente invención comprende la composición de RDP y materiales inorgánicos no cementosos en forma de una mezcla seca que se humedece o se mezcla con agua. Esta mezcla seca se combina con 10 a 30% en peso, basado en el peso total de la composición de acabado exterior, de agua para hacer una composición de acabado húmeda. Preferentemente, la composición de acabado exterior es una capa superior en un sistema de aislamiento y acabado exterior (EIFS).

De acuerdo con un aspecto adicional, la presente invención proporciona un método de uso de las composiciones de mezcla seca de la presente invención que comprende añadir agua a la composición de mezcla seca para formar una composición extensible, aplicar la composición extensible a un sustrato y secar o dejar secar la composición aplicada.

Los sustratos adecuados pueden incluir, pero no están limitados a, sustratos cementosos y no cementosos tales como hormigón, ladrillo, estuco, mampostería, EIFS, madera contrachapada, tableros de fibras orientadas, yeso, fibrocemento y metal.

La presente invención se describe adicionalmente a continuación por medio de ejemplos. Todas las proporciones, partes y porcentajes se expresan en peso seco, a menos que se especifique lo contrario, y todos los componentes son de buena calidad comercial a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplos: Como se muestra a continuación en la Tabla 2, se usaron los siguientes materiales para preparar los copolímeros acrílicos multifase en los Ejemplos, a continuación:

Tabla 2

Nombre	Composición
MOWIOL™ ² 4-88 disolución	Poli(alcohol vinílico) (hidrolizado de 86,7 a 88,7%, Mw ~ 31K (20% en peso).%)
PLURONIC™ ⁴ L-31	Copolímero de bloques de óxido de etileno-óxido de propileno-óxido de etileno
TEXANOL™ ³	Monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol
TRITON™ ¹ X-15	Etilenglicol-octilfenil-éter; HLB = 1,5
VERSENE™ ¹	EDTA, sal de tetrasodio
WINNOFIL™ ⁵ S	CaCO ₃ revestido con ácido esteárico
DEQUEST™ 2016 ⁶	Sal de sodio de ácido 1-hidroxietileno-1,1-difosfónico (Na ₄ HEDP)
¹ Dow Chemical Co., Midland, MI; ² Kuraray America, Inc., Houston, TX; ³ Eastman Chemical, Kingsport, TN; ⁴ BASF Ag Florham Park, NJ; ⁵ Solvay Advanced Functional Materials, Houston, TX; ⁶ Ltalmatch Chemicals Redbank, NJ.	

Las emulsiones A y B se fabricaron cada una por un proceso inverso de dos fases en el que se preparó resina soluble en álcali antes de la polimerización del copolímero de fase interna en presencia de la resina soluble en álcali.

- 5 Síntesis de la emulsión A: A un reactor de 50 litros equipado con agitador mecánico, termopar, condensador y un puerto de alimentación de acero inoxidable se cargaron 2.176 g de agua desionizada (DI) a temperatura ambiente (18°C). Una emulsión de monómero nº 1 (ME1) como se muestra en la Tabla 1-1 a continuación, se transfirió con una bomba FMI (Fluid Meter Incorporated, Syosset, NY) a su velocidad máxima al reactor durante ~15 minutos. A
- 10 continuación, se añadió un lavado adicional de agua DI de 104 g al reactor. Con la temperatura del reactor a 18°C, se añadieron secuencialmente al reactor tres disoluciones acuosas separadas de formaldehído sulfoxilato de sodio (SSF), *terc*-butilhidroperóxido (tBHP) y sulfato ferroso heptahidrato, como se muestra en la Tabla 1-1. Se observó una reacción exotérmica en 2-3 minutos, aumentando gradualmente a 54°C en 18 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron al reactor dos disoluciones acuosas de refuerzo (chaser) compuestas de tBHP y SSF para reducir el monómero residual. Después de 10 minutos, se tomó una alícuota y se
- 15 analizó para 289 nm (BI90 plus), 77 ppm de MMA y pH 2,09. El látex resultante se trató después con una disolución neutralizadora compuesta por una disolución acuosa de hidróxido de sodio e hidróxido de calcio para dar un copolímero ligeramente soluble con una disolución semitransparente (pH = 11).

Tabla 1-1

<u>Emulsión de monómero nº 1 (ME1)</u>	Peso (g)
Agua DI	1,106
Sal de ácido Dequest™ 2016	0,137
Dodecibencenosulfonato de sodio (NaDBS)	3,44
Agente de nucleación Texanol™	90,7
Metacrilato de metilo (MMA)	711,0

Emulsión de monómero nº 1 (ME1)					Peso (g)
Metacrilato de alilo (ALMA)					13,82
Ácido metacrílico glacial (MAA)					181,2
3-mercaptopropionato de metilo (MMP)					31,64
Disoluciones					
Activador	Peso (g)	Iniciador	Peso (g)	Promotor	Peso (g)
SSF	11,50	tBHP	17,86	FeSO ₄ -7 H ₂ O	0,106
Agua DI	116	Agua DI	91	EDTA, sal de tetrasodio	0,132
				Agua DI	23
Activador de refuerzo					
SSF	2,01	tBHP	2,87		
Agua DI	45	Agua DI	110		
Neutralizador (Fase 1)					Peso (g)
Agua DI					470
Hidróxido de sodio (50% en peso de agua)					109,4
hidróxido de calcio					51,9

5 Después de 15 minutos y la temperatura del reactor a 50°C, se añadieron al reactor 1.098 g de emulsión de monómero (ME2), como se muestra en la Tabla 1-2, seguido por la adición de una disolución iniciadora de persulfato de amonio acuoso (APS) y una disolución acuosa de metabisulfito de sodio (NaMBS). Se observó una reacción exotérmica en 2 minutos, aumentando gradualmente a 65°C en 10 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron a 60,38, 3,36 y 4,07 g/min, respectivamente, la adición gradual de ME2, una disolución acuosa de persulfato de amonio (disolución iniciadora coalimentada) y una disolución de metabisulfito de sodio (NaMBS). Después de 10 minutos adicionales, estas alimentaciones se incrementaron a 90,57, 5,04 y 6,11 g/min, respectivamente. Después de 10 minutos adicionales, estas alimentaciones se aumentaron a 120,76, 6,71 y 8,15 g/min, respectivamente. Después de que se habían alimentado 8.781 g de ME2 al reactor, se añadieron 38,41 g de ALMA a ME2 seguido de 45 g de agua DI. El tiempo de alimentación total fue de 90 minutos y la temperatura de reacción se mantuvo entre 65-67°C. Después de que estas alimentaciones se completaron, se usaron 415 g de agua DI para lavar el ME2 al reactor y se usaron 45 g de agua DI para lavar cada una de las disoluciones co-alimentadas al reactor. Después de que estos lavados se hubieran alimentado al reactor, las disoluciones acuosas de tBHP y SSF se alimentaron al látex durante 20 minutos mientras se enfriaba el látex a 50°C. A 50°C, se añadió un biocida (Kordek™ LX5000, Dow Chemical, Midland, MI) al látex y se aisló el látex y se analizó: 47,28% de sólidos; pH 6,90: tamaño medio de partícula 262 nm (BI90 plus), una viscosidad de 289 cps (LV nº 2/60rpms), 11 ppm de MMA y 227 ppm de BA.

10

15

20

Tabla 1-2

<u>ME2</u>	Peso (g)	<u>Iniciador</u>	Peso (g)	<u>Disolución de Iniciador coalimentada</u>	Peso (g)
Agua DI	2.151,5	APS	13,59	APS	21,23
Sal de ácido Dequest™ 2016	1,16	Agua DI	114	tBHP	0,68
Disolución Mowiol™ 4-88 (20% en peso)	1.075,4			Agua DI	566
Laurilsulfato de sodio (SLS)	55,5				
Acrilato de butilo (BA)	4.640,1	<u>Activador</u>		<u>Disolución de activador coalimentada</u>	
MMA	3.046,8	NaMBS	9,78	NaMBS	32,11
MMP	5,79	Agua DI	114	Agua DI	681

5 **Síntesis de la emulsión B:** Esta emulsión se preparó de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo A, excepto que la relación en peso de ME1 y ME2 se cambió de 10:90 a 12,5:87,5. A un reactor de 50 litros equipado con agitador mecánico, termopar, condensador y puertos de alimentación de acero inoxidable se cargaron 1.957 g de agua desionizada (DI) a temperatura ambiente (18°C). Una emulsión de monómero nº 1 (ME1) como se muestra en la Tabla 1-1 a continuación, se transfirió con una bomba FMI (Fluid Meter Incorporated, Syosset, NY) a su velocidad máxima al reactor durante ~15 minutos. A continuación se añadió un lavado adicional de 217 g de agua DI al reactor. Con la temperatura del reactor a 23,9°C, se añadieron secuencialmente al reactor tres disoluciones acuosas separadas de formaldehído sulfoxilato de sodio (SSF), *terc*-butilhidroperóxido (tBHP) y sulfato ferroso heptahidrato, como se muestra en la Tabla 2-1. Se observó una reacción exotérmica en 2-3 minutos, aumentando gradualmente a 58,6°C durante 23 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron al reactor dos disoluciones acuosas de refuerzo compuestas de tBHP y SSF para reducir el monómero residual. Después de 10 minutos, se tomó una alícuota y se analizó para 304 nm (BI90 plus), 123 ppm de MMA y pH 2,37. El látex resultante se trató después con una disolución neutralizadora compuesta por una disolución acuosa de hidróxido de sodio e hidróxido de calcio para dar un copolímero ligeramente soluble con una disolución semitransparente y un pH 11.

Tabla 2-1

<u>Emulsión de monómero nº 1 (ME1)</u>	Peso (g)
Agua DI	1.261
Sal de ácido Dequest™ 2016	0,165
Dodecibencenosulfonato de sodio (NaDBS)	4,13
Agente de nucleación Texanol™	108,9
Metacrilato de metilo (MMA)	853,8
Metacrilato de aliilo (ALMA)	16,59

Emulsión de monómero nº 1 (ME1)					Peso (g)
Ácido metacrílico glacial (MAA)					217,6
3-mercaptopropionato de metilo (MMP)					37,99
Disoluciones					
Activador	Peso (g)	Iniciador	Peso (g)	Promotor	Peso (g)
SSF	11,05	tBHP	17,15	FeSO ₄ -7H ₂ O	0,102
Agua DI	133	Agua DI	86	EDTA, sal de tetrasodio	0,127
				Agua DI	43
Activador de refuerzo					
SSF	1,93	tBHP	2,75		
Agua DI	108	Agua DI	65		
Neutralizador (Fase 1)					
					Peso (g)
Agua DI					522
Hidróxido de sodio (50% en peso de agua)					131,4
hidróxido de calcio					62,3

- 5 Después de 15 minutos y la temperatura del reactor a 63,8°C, se añadieron al reactor 1.054 g de emulsión de monómero (ME2), como se muestra en la Tabla 1-2, seguido por la adición de una disolución iniciadora de persulfato de amonio acuoso (APS) y una disolución acuosa de metabisulfito de sodio (NaMBS). Se observó una reacción exotérmica en 2 minutos, aumentando gradualmente a 75,4°C en 6 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron a 58,4, 3,10 y 3,91 g/min de la adición gradual de ME2, una disolución acuosa de persulfato de amonio (disolución iniciadora de co-alimentación) y una disolución de metabisulfito de sodio (disolución de activador de co-alimentación, respectivamente). Después de 10 minutos, estas alimentaciones se incrementaron a 87,6, 4,65 y 5,87 g/min, respectivamente. Después de 10 minutos adicionales, estas alimentaciones se incrementaron a 116,76, 6,21 y 7,83 g/min, respectivamente. Después de que se habían alimentado al reactor 8.433 g de ME2, se añadieron 36,89 g de ALMA a ME2 seguido de 109 g de agua DI. El tiempo de alimentación total fue de 90 minutos y la temperatura de reacción se mantuvo entre 71-73°C. Después de que estas alimentaciones se completaron, se usaron 434 g de agua DI para lavar el ME2 al reactor y se usaron 44 g de agua DI para lavar cada una de las disoluciones co-alimentadas al reactor. Después de que estos lavados se habían alimentado al reactor, las disoluciones acuosas de tBHP y SSF se alimentaron al látex durante 20 minutos mientras se enfriaba el látex a 50°C. A 50°C, se añadió un biocida (KORDEK™ LX5000, Dow Chemical, Midland, MI) al látex y el látex se aisló y se analizó: 47,24% de sólidos; pH 7,29: tamaño medio de partícula a 269 nm (BI90 plus), una viscosidad de 263 cps (LV nº 2/60 rpm), 5 ppm de MMA y 13 ppm de BA.
- 10
- 15
- 20

Tabla 2-2

ME2	Peso (g)	Iniciador	Peso (g)	Disolución de iniciador coalimentada	Peso (g)
Agua DI	1.684,4	APS	13,05	APS	20,39
Dequest™ 2016	1,12	AGUA DI	130	tBHP	0,66
Disolución MOWIOL™ 4-88 (15% en peso)	1.415,2			Agua DI	522
Laurilsulfato de sodio (SLS)	53,3				
Acrilato de butilo (BA)	4.457,1	Activador		Disolución de activador coalimentada	
MMA	2.926,6	NaMBS	9,39	NaMBS	30,84
MMP	3,90	Agua DI	130	Agua DI	654

5 **Emulsión C:** Esta emulsión se preparó de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo A, excepto que la relación en peso de ME1 y ME2 se cambió de 10:90 a 15:85. A un reactor de 5 l equipado con un agitador mecánico, un termopar, un condensador y un puerto de alimentación de acero inoxidable se cargaron 464 g de agua desionizada (DI) a temperatura ambiente (22°C). Una emulsión de monómero nº 1 (ME1) como se muestra en la

10 Tabla 1-1 a continuación, se transfirió con una bomba FMI (Fluid Meter Incorporated, Syosset, NY) a su velocidad máxima al reactor durante ~15 minutos. Después se añadió un lavado adicional de 33 g de agua DI al reactor. Con la temperatura del reactor a 22°C, se añadieron secuencialmente al reactor tres disoluciones acuosas separadas de

15 formaldehído sulfoxilato de sodio (SSF), *terc-butilhidroperóxido* (tBHP) y sulfato ferroso heptahidrato, como se muestra en la Tabla 3-1. Se observó una reacción exotérmica en 2-3 minutos, aumentando gradualmente a 56°C durante 18 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron al reactor dos disoluciones acuosas de refuerzo compuestas de tBHP y SSF para reducir el monómero residual. Después de 10 minutos, el látex resultante se trató después con una disolución neutralizadora compuesta por una disolución acuosa de hidróxido de sodio e hidróxido de calcio para dar un copolímero ligeramente soluble con una disolución semitransparente y un pH 11.

Tabla 3-1

Emulsión de monómero nº 1 (ME1)	Peso (g)
Agua DI	354
Sal de ácido Dequest™ 2016	0,044
Dodecibencenosulfonato de sodio (NaDBS)	0,92
Agente de nucleación Texanol™	29,0
Metacrilato de metilo (MMA)	227,4

Emulsión de monómero nº 1 (ME1)					Peso (g)
Metacrilato de alilo (ALMA)					4,42
Ácido metacrílico glacial (MAA)					58,0
3-mercaptopropionato de metilo (MMP)					10,12
Disoluciones					
Activador	Peso (g)	Iniciador	Peso (g)	Promotor	Peso (g)
SSF	3,68	tBHP	5,71	FeSO ₄ ·7H ₂ O	0,023
Agua DI	40	Agua DI	32	EDTA, sal de tetrasodio	0,028
				Agua DI	10
Activador de refuerzo					
SSF	0,63	tBHP	0,44		
Agua DI	10	Agua DI	28		
Neutralizador (Fase 1)					
					Peso (g)
Agua DI					151
Hidróxido de sodio (50% en peso de agua)					35,0
hidróxido de calcio					16,6

5 Después de 15 minutos y la temperatura del reactor a 56°C, se añadieron al reactor 234 g de emulsión de monómero (ME2), como se muestra en la Tabla 3-2, seguido de la adición de una disolución iniciadora de persulfato de amonio acuoso (APS) y una disolución acuosa de metabisulfito de sodio (NaMBS). Se observó una reacción exotérmica en 2 minutos, aumentando gradualmente a 63°C en 22 minutos. Después de que la temperatura alcanzó su punto máximo, se añadieron a continuación una adición gradual de ME2, una disolución acuosa de persulfato de amonio (disolución de iniciador coalimentada) y una disolución de metabisulfito de sodio (NaMBS) (disolución activadora de coalimentación) a 12,8, 0,74 y 0,74 g/min, respectivamente. Después de 10 minutos, estas alimentaciones se incrementaron a 19,2, 1,11 y 1,11 g/min, respectivamente. Después de 10 minutos adicionales, estas alimentaciones se incrementaron a 25,6, 1,48 y 1,48 g/min, respectivamente. Después de que se habían alimentado al reactor 1.860 g de ME2, se añadieron 8,19 g de ALMA a ME2 seguido de 10 g de agua DI. El tiempo de alimentación total fue de 90 minutos y la temperatura de reacción se mantuvo entre 64-66°C. Después de que estas alimentaciones se completaron, se usaron 100 g de agua DI para lavar el ME2 al reactor y se usaron 20 g de agua DI para lavar cada una de las disoluciones co-alimentadas al reactor. Después de que estos lavados se habían alimentado al reactor, las disoluciones acuosas de tBHP y SSF se alimentaron al látex durante 20 minutos mientras se enfriaba el látex a 50°C. A 50°C, se añadió un biocida (Kordek LX5000, Dow Chemical, Midland, MI) al látex y se aisló el látex y se analizó: 46,26% de sólidos; pH 7,45: tamaño medio de partícula de 127 nm (BI90 plus), una viscosidad de 178 cps (LV nº 2/60rpm), 0 ppm de MMA y 26 ppm de BA.

10

15

20

Tabla 3-2

ME2	Peso (g)	Iniciador	Peso (g)	Disolución de iniciador coalimentado	Peso (g)
Agua DI	382	APS	2.90	APS	4,53
Sal de ácido Dequest™ 2016	0,25	Agua DI	25	tBHP	0,15
Disolución Mowiol™ 4-88 (15% en peso)	306,0			Agua DI	130
Laurilsulfato de sodio (SLS)	11,8				
Acrilato de butilo (BA)	989,5	Activador		Disolución de activador coalimentado	
MMA	649,7	NaMBS	2,09	NaMBS	6,85
MMP	1,24	Agua DI	25	Agua DI	130

Ejemplos de Síntesis de RDP:

- 5 A temperatura ambiente, las emulsiones indicadas en la Tabla 5, a continuación, se mezclaron con las cantidades indicadas de hidróxido de calcio y agua en la Tabla 5, a continuación, para dar emulsiones neutralizadas que tienen el pH y el contenido de sólidos indicados. Excepto para el Ejemplo 8, las emulsiones neutralizadas se secaron entonces por pulverización usando un secador de pulverización de laboratorio Niro Atomizer Spray Dryer (GEA Process Engineering Inc., Columbia, MD) equipado con una boquilla (SU4 de Spray Systems Company, Wheaton, IL) en las condiciones de secado por pulverización con tolerancias para la incertidumbre mostradas en la Tabla 4, a continuación, para dar los polvos de polímero redispersables en agua indicados en la Tabla 6, a continuación. El
- 10 Ejemplo 8 se preparó en un secador piloto en el que las condiciones de secado por pulverización no se optimizaron. A menos que se especifique lo contrario, en todas las dispersiones acuosas de la Tabla 5, a continuación, un agente antiaglomerante de sienita nefelínica (MINEX™ 7, mediana del tamaño de partícula de 3,1 micrómetros o MINEX™ 10, mediana del tamaño de partícula de 2,1 micrómetros, Unimin Specialty Minerals Inc., New Canaan, CT) se incluyó en la cantidad dada en la Tabla 4, a continuación.
- 15 Los polvos fluidos resultantes se evaluaron para determinar el % de humedad, % de contenido en cenizas y redispersabilidad por resistencia a la sedimentación y viscosidad de dispersión y los resultados se recopilaron en la Tabla 6, a continuación.

Tabla 4

Temperatura		Flujo de aire	Látex	Ayuda antiaglomerante
Entrada	Salida			
170-180°C	62-64°C	60,06 kg/cm ²	55-65 g/min	20,9-3,5 g/min

Tabla 5: Dispersiones acuosas

EJEMPLO RDP ID n°	Emulsión	Látex (g)	Hidróxido de calcio (g)	H ₂ O (g)	pH	% de sólidos	Ayuda de flujo (g)
1	A	4.169,0	25,68	1.510	11	35,00%	137,1 ¹
2	A	1.008,31	7,76	359	11	35,20%	71,5 ¹
3	B	1.068,84	5,63	359	11	34,43%	79,0 ¹
*4	C	1.014,75	0,00	609,00	7.26	29,80%	74,6 ¹
5	C	978,42	6,07	359	11	35,10%	69,7 ¹
6	A	1.000,0	7,69	600	11	29,89%	54,3 Minex 10
7	A	1.000,0	7,69	600	11	29,89%	58,6 Minex 10
8	A	19.000	146,2	4.700	11	38,28%	1.158.2 ¹

*-Denota Ejemplo Comparativo; 1. Minex™ 7.

5 % de humedad: El RDP de cada Ejemplo se midió usando una balanza de humedad IR35 de Denver Instruments (Bohemia, NY) colocando 1 g ± 0,2 g de polvo en la bandeja de pesada de aluminio proporcionada y midiendo el % de agua perdida después de 10 minutos a 105°C. El nivel de humedad depende de las condiciones de secado por pulverización, pero el nivel preferido está entre 1,5-2,5%.

10 % de contenido de cenizas: El RDP de cada ejemplo se midió usando un analizador termogravimétrico TGA701 (LECO Corporation, St. Joseph, MI). Para cada Ejemplo se colocaron 3-5 g de polvo en un crisol seco de porcelana y se calentaron a 825°C. El % de contenido de cenizas es la diferencia entre el peso de la ceniza y el peso inicial de la muestra. Para la sienita nefelínica MINEX 7, el contenido de cenizas es ~ 99,5%. Para la sienita nefelínica MINEX 10, el contenido de cenizas es de ~ 99,5%. El contenido de cenizas preferido está entre 5-20%, y preferentemente entre 10-14%.

15 Viscosidad de sedimentación y dispersión: El RDP de cada Ejemplo se redispersó mezclando pesos iguales de 50 g de RDP y agua durante 30 minutos usando un agitador de acero inoxidable estándar y un Agitador Digital IKW RW 20 (Wilmington, NC) a 400 rpm. La viscosidad de la pasta resultante se midió usando un viscosímetro Brookfield con un husillo LV n° 4 (Brookfield Engineering, Middleboro, MA) a 60 rpm. Una viscosidad de dispersión más elevada indica una mayor redispersabilidad. La pasta resultante se diluyó entonces con agua adicional, 1 parte de pasta a 90 partes de agua. La sedimentación indica la estabilidad de la dispersión del polvo redispersado acuoso, en la que la sedimentación óptima es 0 mm después de 24 horas. El análisis de sedimentación se realizó usando una bureta de 20 0,5 mm de diámetro y 45 cm de longitud modificada con una base plana que contiene graduación en mm frente a ml. Preferentemente, el nivel de sedimentación es ≤ 20 mm después de 24 horas, preferentemente, ≤ 10 mm después de 24 horas.

Tabla 6: Evaluaciones de RDP

Ejemplo de RDP	Emulsión	RDP			
		% de H ₂ O	Contenido de cenizas	Sedimentación (mm 24 h)	Viscosidad de Dispersión de RDP (LV n° 4)
1	A	1,77%	14,20%	28 Mm	

Ejemplo de RDP	Emulsión	RDP			
		% de H ₂ O	Contenido de cenizas	Sedimentación (mm 24 h)	Viscosidad de Dispersión de RDP (LV n° 4)
2	A	2,10%	12,92%	22 mm	5.500 cps
3	B	2,39%	13,31%	11 mm	
*4	A	1,36%	13,33%	38 mm	500 cps
5	C	2,44%	13,23%	10 mm	> 10.000 cps
6	A	1,73%	10,45%	16 mm	
7	A	2,31%	11,12%	25 mm	
8	A	2,02%	11,59%	27 mm	920 cps
*-Denota ejemplo comparativo.					

5 Como se muestra en la Tabla 6 anterior, todos los Ejemplos de 1 a 3 y de 5 a 8 de la invención dieron sedimentación o redispersabilidad aceptables, o dieron una redispersabilidad sustancialmente mejor que la del Ejemplo Comparativo 4. La viscosidad incrementada de la dispersión de RDP corresponde a una menor sedimentación y una redispersabilidad incrementada del RDP. Las condiciones de secado por pulverización no se optimizaron en la preparación del Ejemplo 8 de RDP.

10 Método de hacer el espesante asociativo aniónico seco para la mezcla: Todos los espesantes asociativos aniónicos acuosos se hicieron u obtuvieron y se usaron tal como se recibieron sin ningún ajuste del % de contenido de sólidos ni del pH. A temperatura ambiente, el espesante asociativo aniónico indicado (Tabla 7A, a continuación) se secó por pulverización usando un secador de pulverización de laboratorio Niro Atomizer Spray Dryer (GEA Process Engineering Inc., Columbia, MD) equipado con una boquilla (SU4 o SU5 de Spray Systems Company, Wheaton, IL). A menos que se indique lo contrario, no se usó ningún estabilizante coloidal adicional. Las condiciones de secado por pulverización, con tolerancias para la incertidumbre, fueron como se muestra en la Tabla 7, a continuación. En estos ejemplos, no se usó ayuda antiaglomerante a menos que se especifique lo contrario. Los polvos fluidos resultantes se recuperaron en 60-95% en peso del material original a secar.

15

Tabla 7

Temperatura		Flujo de aire	Látex	Ayuda antiaglomerante
Entrada	Salida			
180-200°C	64-70°C	60,06 kg/cm ²	40-65 g/min	Ninguna

Tabla 7A

Espesante asociativo	Peso (g)	% de sólidos	pH	Recuperación (%)	Humedad (%)
A ¹	2.039,0	28%	2,4	72,5%	3,03%
B ²	1.000	30,0%	2,70	91,0%	2,19%

Espesante asociativo	Peso (g)	% de sólidos	pH	Recuperación (%)	Humedad (%)
1. Copolímero de 60% en peso de acrilato de etilo, 39,5% en peso de ácido metacrílico y 0,5% en peso de ftalato de dialilo; 2. Copolímero de 49% en peso de acrilato de etilo, 37% en peso de ácido metacrílico y 14% en peso de metacrilato de estearilpolietilenglicol.					

5 Ejemplos 10-12: Secado por co-pulverización de espesante asociativo aniónico y copolímero acrílico multifase. A temperatura ambiente, se trataron 1.008,3 g de emulsión A con 6,28 g de hidróxido de calcio y 400 g de agua para dar una emulsión que tiene un pH de 10,5-12 y un contenido de sólidos de ~ 35%. Este polímero en emulsión neutralizado se trató entonces con 22,6 g de espesante asociativo aniónico A (copolímero de 60% en peso de acrilato de etilo, 39,5% en peso de ácido metacrílico y 0,5% en peso de ftalato de dialilo) o espesante asociativo aniónico B (copolímero de 49% en peso de acrilato de etilo, 37% en peso de ácido metacrílico y 14% en peso de metacrilato de estearilpolietilenglicol) con agitación y se secó por pulverización usando un Niro Atomizer Spray Dryer (GEA Process Engineering Inc., Columbia, MD) equipado con una boquilla (SU4 o SU5 de Spray Systems Company, Wheaton, IL). La sienita nefelínica MINEX 10 se alimentó al secador por pulverización en un puerto separado a una velocidad de 2,9-3,5 g/min. A menos que se indique lo contrario, no se usó ningún estabilizante coloidal adicional. Los datos se presentan en la Tabla 8, a continuación.

15 Ejemplo comparativo 9; a temperatura ambiente, se trataron 4.169,0 g de emulsión A con una suspensión acuosa compuesta de 25,68 g de hidróxido de calcio y 1.510 g de agua para dar una emulsión con un pH de 10,5-12 y un contenido de sólidos de aproximadamente el 35%. La emulsión neutralizada se secó a continuación por pulverización usando un secador de pulverización de laboratorio Niro Atomizer Spray Dryer (GEA Process Engineering Inc., Columbia, MD) equipado con una boquilla (SU4 o SU5 de Spray Systems Company, Wheaton, IL). La sienita nefelínica MINEX 10 se alimentó al secador por pulverización en un puerto separado a una velocidad de 2,9-3,5 g/min. A menos que se indique lo contrario, no se usó ningún estabilizante coloidal adicional. Los datos de este ejemplo se presentan en la Tabla 8, a continuación.

Tabla 8: Caracterización de RDP

Ejemplo	Espesante asociativo aniónico	% de humedad	Recuperación	Sedimentación	% de ACA
10	A	2,29%	54,2%	No se mide	N/A
11	B	2,19%	91,0%	No se mide	N/A
*12	Emulsión A + 1,25% A (peso seco)	2,24%	70,1%	No redispersable 50 mm 24 h	11,9%
*9	Emulsión A solamente	1,77%	80,4%	28 mm 24 h	14,3%
*- Denota Ejemplo comparativo					

25 La composición del Ejemplo 12 no proporcionó un polvo redispersable, mostrando de este modo que el método preferido para preparar las composiciones de la presente invención es mezclar el espesante asociativo aniónico seco con un RDP en lugar de secarlos juntos.

Los Ejemplos 10 y 11 demuestran solamente la fabricación de espesante asociativo seco.

El rendimiento de las composiciones de la presente invención se evaluó en las diversas formulaciones indicadas a continuación.

30 Formulaciones de EIFS seco de PVC de 77: El polvo de polímero redispersable en agua o RDP indicado de la Tabla 6 anterior, y el espesante asociativo aniónico seco indicado de la Tabla 7A anterior, se formularon en formulaciones de pintura texturizadas no cementosas para uso en EIFS como se indica en las Tablas 10 a 13, a continuación. En cada ensayo, se preparó una formulación de mezcla seca que comprende: 12,76% en peso del RDP indicado, 6,68% en peso de arena n°15; 54,29% en peso de arena 50-30; 4,66% en peso de DURAMITE™ (extensor de CaCO₃, Imerys Pigments, Inc., Roswell, GA); 0,50% en peso de METOLAT™ P 871 (anti-encogimiento coalescente

que contiene neopentilglicol, Munzing, DE); 0,10% en peso de WALOCEL™ MKX 6000 PF01 (espesante de éter de hidroxietilmetilcelulosa, The Dow Chemical Company, Midland, MI); 0,25% en peso de ATTAGEL 50™ (modificador de la reología que contiene arcilla, BASF, Leverkusen, DE); 0,07% en peso de MiniFibers de Denier nº 6 (fibra de vidrio, corte de ~0,6 cm); 0,25 % en peso de AGITAN™ P 804 (antiespumante, Munzing, DE); 3,76% en peso de TI-PURE™ R-960 (pigmento de TiO₂, Dupont, Wilmington, DE); 0,25.% en peso de BIOBAN™ IBPC 100 (un biocida, Dow Chemical Company); y 0,17% en peso de dispersante de tripolifosfato de potasio. Las composiciones de pintura texturadas se prepararon mezclando las formulaciones de mezcla seca con un 16,26% en peso adicional de agua en el punto de uso, todos los % en peso basados en el peso total de las composiciones.

Viscosidad: Medida usando un viscosímetro Krebs Stormer Modelo KU-1 (Brookfield Engineering, Middleboro, MA). Todas las medidas realizadas en condiciones de temperatura ambiente con una paleta de pasta; y las unidades son PU (unidades de pasta). Los valores de la unidad de pasta preferidos son 110-140, más preferentemente entre 125-135 unidades de pasta.

Evaluación de la extensibilidad: Se evalúa cualitativamente la extensibilidad/trabajabilidad extendiendo el acabado de EIFS sobre un panel de EIFS de 30,48 cm x 30,48 cm (12" x 12") con una capa base cementosa curada sobre EPS (con malla de fibra de vidrio incrustada) y puntuando en una escala de 1 a 10 las propiedades de manejo/aplicación (1 = muy pobre, 2-3 = pobre, 4-5 = aceptable, 6-7 = buena, 8 = muy bueno, 9-10 = excelente). El sistema de látex objetivo basado en Rhoplex EI-2000 tiene una excelente calificación de 10.

Ensayo de "Adhesión a espátula": Una evaluación más cuantitativa de la reología/manejo se lleva a cabo colocando primero 600 gramos de acabado húmedo en un recipiente cilíndrico de polietileno de una pinta (diámetro = 8,9 cm, profundidad del líquido = 19,30 cm (7,6")), mezclando a fondo durante 30 s y a continuación dejando que el líquido se equilibrara durante 1 minuto. A continuación, el recipiente se coloca sobre una balanza Mettler tarada capaz de leer hasta dos decimales y se inserta verticalmente una espátula de metal de 2,54 cm x 15,24 cm (1"x 6") de punta redonda (con mango de madera) en el centro del líquido hasta que toque el fondo del recipiente . Después de 5 s de reposo de la punta de la espátula en el fondo del recipiente, la espátula se gira 180° y se mantiene durante otros 5 s, tras lo cual se retira y se mantiene aproximadamente 10,16 cm (4") por encima de la abertura del recipiente durante 5 s más. El cambio de peso (valor inicial) inmediatamente después de retirar la espátula del recipiente es una medida de la cantidad de material que se adhiere a la espátula (las cantidades inferiores son mejores) y el peso del recipiente después de 5 s (delta) es una medida de la soltura o "goteo" del material. El valor inicial debe ser lo más bajo posible; por debajo de 18 g es aceptable. El valor de delta preferido es menor de 4; más preferentemente el valor es 0, lo que indica una menor propensión a que el material extendido gotee o se deslice de un área extendida deseada. Los datos se presentan en las Tablas 10, 11, 12 y 13, a continuación.

Tabla 10: Resultados del ensayo de trabajabilidad de PVC de 77% (RDP nº 1 Acrílico):

Ejemplo 10				Evaluación de extensibilidad		de Adhesión a espátula (g)	
RDP	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentario	Inicial	Delta
*1	1% de MKX6K	16,26%	128	5	Aceptable	20,84	5,43
1	1% de A	16,26%	127	9	Excelente	18,17	0
1	0.5% de B	16,..26%	130	9	Excelente	15,16	0
*1	1% de MKX 6K	16,67%	123	4	Aceptable	22,61	8,56
1	1% de A	16,67%	124	10	Excelente	19,28	0
1	0.5% de B	16,67%	126	10	Excelente	17,85	0
*1	1% de MKX 6K	17,07%	115	3	Pobre	22,08	9,72
1	1% de A	17,07%	120	9	Excelente	19,12	0
1	0.5% de B	17,07%	121	9	Excelente	18,91	0
*1	1% de MKX 6K	17,89%	110	1	Muy pobre	21,76	11,23

Ejemplo 10				Evaluación de extensibilidad		Adhesión a espátula (g)	
RDP	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentario	Inicial	Delta
1	1% de A	17,89%	115	7	Buena	19,11	0
1	0.5% de B	17,89%	116	8	Muy buena	19,25	0

1-Nivel expresado como % en peso de sólidos de RDP (MKX 6K = Walocel MKX 6000 PF01); * denota Ejemplo comparativo.

Tabla 11: Resultados del ensayo de trabajabilidad de PVC de 77% (RDP nº 2 Acrílico):

Ejemplo 11				Evaluación de extensibilidad		Adhesión a espátula (g)	
RDP	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentario	Inicial	Delta
*2	1% de MKX 6K	16,26%	128	6	Buena	21,20	1,21
2	1% de A	16,26%	129	9	Excelente	17,92	0
*2	1 % de MKX 6K	16,67%	124	6	Buena	22,48	2,43
2	1% de A	16,67%	124	10	Excelente	17,41	0
*2	1 % de MKX 6K	17,07%	118	4	Aceptable	21,96	6,85
2	1% de A	17,07%	120	9	Excelente	19,27	0
*2	1% de MKX 6K	17,89%	112	1	Muy pobre	22,00	9,80
2	1% de A	17,89%	114	7	Buena	19,78	0

1-Nivel expresado como % en peso de sólidos de RDP (MKX 6K = Walocel MKX 6000 PF01); * denota Ejemplo comparativo.

Tabla 12: Resultados de ensayo de trabajabilidad de PVC de 77% (RDP nº 3 Acrílico):

Ejemplo 12				Evaluación de extensibilidad		Adhesión a espátula (g)	
RDP	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentario	Inicial	Delta
*3	1% de MKX 6K	16,26%	132	6	Buena	19,85	3,02
3	1% de A	16,26%	134	9	Excelente	17,67	0
*3	1% de MKX6K	16,67%	127	5	Aceptable	23,65	5,66

Ejemplo 12				Evaluación de extensibilidad		Adhesión a espátula (g)	
RDP	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentario	Inicial	Delta
3	1% de A	16,67%	129	9	Excelente	18,30	0
*3	1% de MKX 6K	17,07%	121	3	Pobre	22,66	8,46
3	1% de A	17,07%	122	8	Muy buena	18,33	0
*3	1% de MKX 6K	17,89%	115	1	Muy pobre	23,08	10,27
3	1% de A	17,89%	116	6	Buena	18,97	1,11

1-Nivel expresado como % en peso de sólidos de RDP (MKX 6K = Walocel MKX 6000 PF01); * denota Ejemplo comparativo.

Tabla 13: Resultado del ensayo de trabajabilidad para polímero de emulsión acrílica húmeda

				Evaluación de extensibilidad		Adhesión a espátula (g)	
Látex acrílico	Aditivo reológico ¹	Nivel de agua	de Viscosidad (PU)	Puntuación	Comentarios	Inicial	Delta
EI-2000 ²	1,25% de A	N/A	109	10	Excelente	5,75	0

1.-Nivel expresado como % en peso de espesante asociativo aniónico activo en sólidos de látex acrílico EI-2000;
2.Copolímero de látex acrílico al 100%.

5 Como se muestra en cada una de las Tablas 10, 11 y 12 anteriores, las composiciones de RDP de mezcla seca de la invención presentan de buena a excelente trabajabilidad y consistentemente menor adhesión a espátula que la técnica más cercana que tiene el mismo RDP y un espesante celulósico. Aunque la formulación en húmedo de la Tabla 13 es un punto de referencia muy difícil de igualar, los Ejemplos de la invención en las Tablas 10, 11 y 12 proporcionan una extensibilidad similar a la composición de pintura con textura húmeda en la Tabla 13. Las composiciones de mezcla seca de la presente invención permiten la facilidad de transporte y las mezclas secas de un solo componente para composiciones no cementosas o cementosas.

10

REIVINDICACIONES

1. Una composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca que comprende una composición de polvo de polímero redispersable en agua (RDP) que contiene B) un RDP de copolímero acrílico multifase y A) de 0,1 a 7,5% en peso, basado en el peso total de A) y B), de un espesante asociativo aniónico seco
5 elegido de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali hidrófobamente modificado (HASE), un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali y sus mezclas, teniendo el RDP de copolímero acrílico multifase B) una fase externa de resina soluble en álcali que contiene un grupo de sal de metacrilato de calcio y una o más fases internas, conteniendo el RDP adicionalmente cada uno de uno o más agentes de nucleación que tienen un punto de ebullición de 150°C a 500°C y una solubilidad en agua de 3,5% o menos y uno o más estabilizantes coloidales,
- 10 en la que cuando el copolímero acrílico multifase se dispersa en agua, la una o más fases internas comprenden un (co)polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de -10 a 15°C calculada usando la ecuación de Fox,
- adicionalmente, en la que la relación en peso de la fase externa de resina soluble en álcali a la una o más etapas internas varía de 1:19 a 2:3 y,
- 15 más adicionalmente, en la que el espesante asociativo aniónico seco, el estabilizante coloidal, el agente de nucleación y el copolímero acrílico multifase están contenidos en la misma partícula.
2. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que la cantidad del A) espesante asociativo aniónico seco varía de 0,25 a 2% en peso, basado en el peso total de A) y B).
- 20 3. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que el A) espesante asociativo aniónico seco se elige de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali hidrófobamente modificado (HASE), un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali y sus mezclas.
4. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene, en forma copolimerizada, un agente de reticulación en el intervalo de 0,05 a 2,0% en peso, basado en el peso total de los monómeros usados para fabricar el copolímero.
- 25 5. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene un residuo de agente de transferencia de cadena, en el intervalo de 0,05 a 1,0% en peso, basado en el peso total de los monómeros y agentes de transferencia de cadena usados para fabricar el copolímero.
- 30 6. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase contiene de 0,1 a 15% en peso del uno o más estabilizantes coloidales, por 100 partes en peso de sólidos de copolímero acrílico multifase.
- 35 7. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 6, en la que el estabilizante coloidal es un poli(alcohol vinílico) (PVOH).
8. La composición de acuerdo con 1, 2, 3, 4 o 5, anterior, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase comprende además uno o más agentes hidrófobos.
9. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, en la que el B) RDP de copolímero acrílico multifase comprende además una o más ayudas antiaglomerantes.
- 40 10. La composición estable en el almacenamiento para uso en aplicaciones de mezcla seca según la reivindicación 1, que comprende además un material seco inorgánico elegido entre un material cementoso y un material no cementoso.
- 45 11. Un método para preparar una composición de polvo de polímero redispersable en agua que comprende proporcionar una dispersión acuosa que contiene uno o más estabilizantes coloidales y un copolímero acrílico multifase que tiene una fase externa de resina soluble en álcali que comprende grupos de ácido metacrílico y una o más fases internas, uno o más agentes de nucleación que tiene un punto de ebullición de 150°C a 500°C y una solubilidad en agua de 3,5% o menos, en el que cuando el copolímero acrílico multifase se dispersa en agua, la una o más fases internas comprende un (co)polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea (Tg) de -10 a 15°C, calculada usando la ecuación de Fox, y atomizar la composición resultante en presencia de 0,75 a 3% en peso de hidróxido de calcio o cal acuosa, en base al peso total de los sólidos de copolímero acrílico multifase, para formar un polvo de polímero redispersable en agua, proporcionar por separado una mezcla acuosa de un espesante asociativo aniónico elegido de un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali hidrófobamente modificado
50

ES 2 634 620 T3

(HASE), un copolímero de emulsión acrílica hinchable en álcali o sus mezclas en la cantidad de 0,1 a 7,5% en peso o, preferentemente, de 0,25 a 2% en peso, basado en el peso total de sólidos en la mezcla acuosa y la dispersión acuosa, atomizar la mezcla acuosa para formar un espesante asociativo aniónico seco y mezclar el espesante asociativo aniónico seco y el polvo de polímero redispersable en agua.