

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 801 007**

51 Int. Cl.:

**C08L 11/02** (2006.01)  
**C08K 3/38** (2006.01)  
**C08K 5/17** (2006.01)  
**C08L 33/06** (2006.01)  
**C09J 11/06** (2006.01)  
**C09J 111/02** (2006.01)  
**C09J 133/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.02.2016 PCT/JP2016/054802**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **25.08.2016 WO16133190**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.02.2016 E 16752576 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2020 EP 3260488**

54 Título: **Composición de látex y adhesivo acuoso monocomponente**

30 Prioridad:

**19.02.2015 JP 2015030658**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**07.01.2021**

73 Titular/es:

**DENKA COMPANY LIMITED (100.0%)  
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome, Chuo-ku  
Tokyo 103-8338, JP**

72 Inventor/es:

**SHIMANO, HIROKAZU;  
MOCHIZUKI, KENJI y  
HAGIWARA, SHOGO**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

ES 2 801 007 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Composición de látex y adhesivo acuoso monocomponente

### 5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a una composición de látex que incluye un látex de polímero de cloropreno, un látex de polímero acrílico, y un regulador de pH y a un adhesivo acuoso monocomponente que incluye la composición de látex.

10

### **Antecedentes técnicos**

Los adhesivos típicos están hechos de materia prima que incluye polímeros de acetato de vinilo, polímeros de cloropreno, polímeros de ésteres acrílicos, gomas naturales, y polímeros de poliuretano. De ellos, el polímero de cloropreno da alta fuerza adhesiva a una variedad de adheridos a baja presión y por tanto se usa adecuadamente para adhesivos que incluyen adhesivos de contacto basados en solvente y adhesivos de injerto. Sin embargo, el adhesivo basado en solvente tiene riesgo de fuego en un entorno de trabajo y es costoso instalar instalaciones especiales de escape/recuperación para evitar el riesgo. Además, la regulación de compuestos orgánicos volátiles (VOC) y la regulación de solventes se ha vuelto más estricta en consideración a la contaminación medioambiental y salud humana.

15

20

Para eliminar los solventes con el fin de cumplir las regulaciones, se han desarrollado adhesivos acuosos que contienen un látex de polímero de cloropreno, pero los adhesivos acuosos tienen menor fuerza adhesiva que los adhesivos basados en solvente convencionales.

25

Para abordar el problema, se han estudiado adhesivos de dos componentes como una técnica para mejorar la fuerza adhesiva, específicamente la fuerza adhesiva en el estado inicial. Por ejemplo, se ha divulgado un adhesivo de dos componentes que incluye un agente principal de una composición que contiene un látex de policloropreno particular junto con un látex acrílico o un látex de SBR y un tensioactivo aniónico en cantidades particulares y un agente de curado de una sal metálica polivalente (véanse, los documentos de patente 1 y 2). El adhesivo de dos componentes es satisfactorio cuando se aplica a una superficie de adhesión usando una brocha o un rodillo. Sin embargo, cuando se aplica a una superficie de adhesión por rociado, tal adhesivo con frecuencia causa problemas incluyendo un equilibrio desfavorable entre la vida útil y la fuerza adhesiva inicial, una proporción de mezcla inestable del adhesivo, operación de adhesión inestable, y obstrucción de una pistola rociadora.

30

35

También se sabe que una composición de látex de polímero de cloropreno adecuada para uso en un adhesivo acuoso monocomponente que tiene un equilibrio excelente de fuerza adhesiva inicial, propiedades de contacto, estabilidad de almacenamiento, y propiedades de recubrimiento por rociado se puede producir al añadir un látex de polímero acrílico particular y un tensioactivo particular a un látex de polímero de cloropreno (véase el documento de patente 3).

40

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 4), se conoce: una composición de látex de polímero de cloropreno que comprende un látex de polímero de cloropreno (A) y un látex de resina acrílica (B).

45

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 5), se conoce un adhesivo de contacto de policloropreno de fraguado rápido.

50

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 6), se conocen dispersiones de polímeros acuosos de bajo monómero, baja viscosidad basadas en policloropreno, y un proceso para la preparación de las mismas y el uso de las mismas como un adhesivo de contacto.

55

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 7), se conoce: un proceso para preparar composiciones acuosas, en particular dispersiones acuosas basadas en dióxido de silicio, y para preparar formulaciones adhesivas o de recubrimiento usando las composiciones acuosas como un componente, y para la producción de capas adhesivas y unión de sustratos recubiertos en un lado o ambos lados por aplicación por rociado usando las composiciones.

60

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 8), se conoce una composición adhesiva de cemento que mejora las fuerzas de unión de ciertas redes elastoméricas.

Además, del estado de la técnica (véase el documento de patente 9), se conoce un adhesivo basado en agua que contiene un látex de cloropreno como un componente principal, que tiene una cierta estabilidad de viscosidad con dependencia del tiempo y temperatura.

65

### **Lista de citas**

### **Bibliografía de patentes**

[Documento de patente 1] JP-A No. 56-59874  
 [Documento de patente 2] JP-A No. 9-188860  
 [Documento de patente 3] Solicitud de patente japonesa No. 2009-271802  
 5 [Documento de patente 4] EP 2 508 560 A1  
 [Documento de patente 5] WO 98/53019 A1  
 [Documento de patente 6] US 2009/053949 A1  
 [Documento de patente 7] US 2013/245163 A1  
 [Documento de patente 8] GB 1 392 614 A  
 10 [Documento de patente 9] JP 2006 083302 A

## Compendio de la invención

### Problema técnico

15 La presente invención tiene un objeto de proporcionar una composición de látex adecuada para su uso en un adhesivo acuoso monocomponente que tiene un excelente equilibrio de excelente fuerza adhesiva inicial, estabilidad de almacenamiento, y propiedades de recubrimiento por rociado y da una capa adhesiva blanda después de secar y proporcionar un adhesivo monocomponente que incluye la composición de látex.

### Solución al problema

20 Como resultado de intensos estudios para resolver los problemas anteriores, los inventores de la presente invención han encontrado que los problemas se pueden resolver al añadir un látex de polímero acrílico particular (emulsión) y un regulador de pH particular a un látex de polímero de cloropreno.

25 En otras palabras, la presente invención es un método para producir una composición de látex que comprende las etapas: añadir (C) un regulador de pH a (A) un látex de polímero de cloropreno, y después mezclar (B) un látex de polímero acrílico, en donde la composición de látex comprende:

30 (A) el látex de polímero de cloropreno;  
 (B) el látex de polímero acrílico; y  
 (C) el regulador de pH,

35 en donde (A) el látex de polímero de cloropreno contiene un polímero de cloropreno,  
 en donde (B) el látex de polímero acrílico contiene un polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C,

en donde (C) el regulador de pH es de 3 a 6 partes en masa de ácido bórico o al menos un compuesto seleccionado de aminoácidos que tienen un punto isoeléctrico de 5,5 a 6,5,

40 en donde la tasa de (A) el látex de polímero de cloropreno en la composición de látex es del 50 al 85% en masa en términos de contenido sólido, y  
 en donde la tasa de (B) el látex de polímero acrílico en la composición de látex es del 15 al 50% en masa en términos de contenido sólido.

45 Es preferible que el polímero de cloropreno sea un homopolímero de cloropreno, un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno, o una mezcla de un homopolímero de cloropreno y un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno, y que el polímero de cloropreno tenga un contenido en gel (contenido insoluble en tolueno) del 5 al 30% en masa o menos, y un componente soluble en tolueno tiene un peso molecular medio en número de 200.000 a 500.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,0 a 4,0.

50 Es preferible que el polímero de cloropreno tenga una tasa de conversión por polimerización de monómero de no menos del 65% en masa y menos del 90% en masa.

55 Es preferible que una lámina seca preparada al secar la composición de látex tenga una dureza en durómetro (tipo A) definida por JIS K 6253-3 de 30 a 80.

La composición de látex es utilizable como un adhesivo acuoso monocomponente.

### Efectos ventajosos de la invención

60 Una composición de látex de la presente invención mantiene una alta velocidad de cristalización que es una propiedad inherente de un látex de polímero de cloropreno, así como mejora la fuerza adhesiva inicial y las propiedades de contacto sin deterioro de la estabilidad de almacenamiento y propiedades de recubrimiento por rociado, y por tanto es útil como una composición para un adhesivo acuoso monocomponente. En particular, una capa adhesiva después del secado es blanda, y por tanto la composición se puede usar adecuadamente como un adhesivo acuoso monocomponente cuando al menos superficie de adhesión de dos superficies de adhesión que se van a unir es un

material blando incluyendo muebles tal como un sofá, una cama, y una silla, materiales de construcción, juguetes tal como un peluche, y espumas tal como un interior de automóvil, y tal material blando se une a madera o materiales de cuero, o espumas se unen entre sí.

## 5 Descripción de formas de realización

La presente invención se describirá ahora en detalle.

Una composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención se caracteriza por incluir (A) un látex de polímero de cloropreno, (B) un látex de un polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C, y (C) un regulador de pH particular en una proporción predeterminada.

(A) Látex de polímero de cloropreno

El látex de polímero de cloropreno se añade con el fin de mejorar las propiedades de contacto, propiedades adhesivas resistentes al calor, y fuerza adhesiva inicial de un adhesivo que contiene una composición de látex. Respecto al látex de polímero de cloropreno, un polímero que constituye el látex de polímero de cloropreno tiene preferiblemente un contenido de gel (contenido insoluble en tolueno) del 30% en masa o menos, y un componente soluble en tolueno en el polímero de cloropreno preferiblemente tiene un peso molecular medio en número de 200.000 a 500.000 y una distribución de peso molecular ( $M_w/M_n$ ) de 2,0 a 4,0.

El látex de polímero de cloropreno se puede preparar como cualquier de látex aniónico, no iónico y catiónico dependiendo de un emulsionante o un dispersante usado para la polimerización en emulsión de un monómero. Cuando se usa como materia prima de un adhesivo, el látex de polímero de cloropreno preferiblemente se prepara como un látex aniónico desde el punto de vista de fuerza adhesiva inicial. El látex aniónico es un látex preparado por polimerización en emulsión de un monómero principalmente con un emulsionante o dispersante aniónico.

Los ejemplos del emulsionante o dispersante aniónico incluyen sales de metales alcalinos de ácido de colofonia, sulfonatos de alquilo que tienen de 8 a 20 átomos de carbono, sulfatos de alquilarilo, condensados de naftaleno sulfonato de sodio y formaldehído, éter disulfonato de alquil difenil sódico.

El emulsionante o dispersante aniónico es lo más preferiblemente ácido de colofonia, y cualquiera de ácido de colofonia de madera, ácido de colofonia de goma, ácido de colofonia de aceite de resina, y un ácido de colofonia desproporcionado preparado por desproporción de tal derivado de ácido de colofonia se puede usar. El método de polimerización en emulsión que usa ácido de colofonia se realiza en un estado alcalino alto, y por tanto el ácido de colofonia está presente en una forma de sal de metal alcalino en un látex de polímero de cloropreno. Según esto, también se puede usar ácido de colofonia en forma de una sal de alquil metal de ácido de colofonia. La cantidad de una sal de ácido de colofonia es preferiblemente de 0,5 a 10 partes en masa y más preferiblemente de 2 a 6 partes en masa relativo a 100 partes en masa de todas las sustancias sencillas usadas. Cuando la cantidad es menor de 0,5 partes en masa, la emulsión es probable que sea insuficiente, lo que es probable que produzca problemas incluyendo mal control del calor generado por la polimerización, la formación de aglomerados, y mal aspecto de un producto. Cuando la cantidad es más de 10 partes por masa, un emulsionante restante es probable que cause problemas incluyendo mala resistencia hídrica de un polímero, menor fuerza adhesiva, insuficiente espumación en el momento de secado, y mal tono de color de un producto.

Cuando se usa, el ácido de colofonia preferiblemente se usa en combinación con un emulsionante o dispersante aniónico de sulfato o sulfonato con el fin de estabilizar un látex de polímero de cloropreno después de la adición de un regulador de pH. En este caso, la cantidad de un emulsionante o dispersante aniónico excepto ácido de colofonia preferiblemente es de 0,05 a 5 partes en masa y más preferiblemente de 0,1 a 2 partes en masa relativo a 100 partes en masa de todas las sustancias sencillas usadas.

El emulsionante o dispersante aniónico también se puede usar en combinación con un emulsionante o dispersante no iónico. Cuando un emulsionante no iónico se usa en combinación, se pueden mejorar la estabilidad a baja temperatura de un látex o las características de adhesión de un adhesivo que se va a producir. Cuando un emulsionante o dispersante no iónico o catiónico se usa individualmente como el emulsionante o dispersante para una polimerización en emulsión, un adhesivo acuoso preparado al añadir un regulador de pH puede no lograr estar suficientemente desestabilizado, y puede expresar fuerza adhesiva inicial insuficiente.

El polímero de cloropreno que constituye el látex de polímero de cloropreno puede ser un homopolímero de cloropreno o puede ser un copolímero de cloropreno con otro monómero copolimerizable tal como 2,3-dicloro-1,3-butadieno, 1-cloro-1,3-butadieno, butadieno, isopreno, estireno, acrilonitrilo, ácido acrílico y un éster del mismo, y ácido metacrílico y un éster del mismo siempre que no se altere un rendimiento pretendido de la presente invención. Específicamente, se puede usar un copolímero que contiene 2,3-dicloro-1,3-butadieno, 1-cloro-1,3-butadieno, butadieno, isopreno, estireno, acrilonitrilo, un éster acrílico, o un éster metacrílico en una cantidad del 0,01 al 20% en masa o que contiene ácido acrílico o ácido metacrílico en una cantidad del 0,01 al 7% en masa. Respecto al monómero que constituye un copolímero, se pueden usar dos o más tipos de monómeros, según sea necesario. Se puede usar una mezcla de dos

o más tipos de monómeros. Específicamente, el polímero de cloropreno que constituye el látex de polímero de cloropreno preferiblemente es un homopolímero de cloropreno, un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno, o una mezcla de un homopolímero de cloropreno y un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno desde el punto de vista de la expresión de alta fuerza adhesiva. Cuando un copolímero contiene otro monómero copolimerizable en un contenido de más del 20% en masa junto con cloropreno, la fuerza adhesiva inicial o las propiedades de contacto se deterioran, y por tanto tal condición es desfavorable.

Como un agente de transferencia de cadena para ajustar un peso molecular o una distribución de peso molecular, se usan alquil mercaptanos de cadena larga tal como n-dodecil mercaptano y t-dodecil mercaptano y disulfuros de dialquil xantógenos tal como disulfuro de diisopropil xantógeno y disulfuro de dietil xantógeno, por ejemplo, pero el agente de transferencia de cadena no está limitado a ellos. El disulfuro de dialquil xantógeno desestabiliza un terminal polimérico para formar un sitio activo para entrecruzamiento, lo que hace difícil controlar el peso molecular o el contenido de gel. Por tanto, se usa más preferiblemente un alquil mercaptano de cadena larga. Se pueden usar dos o más de estos agentes de transferencia de cadena.

En el látex de polímero de cloropreno, la tasa de conversión por polimerización de un material monómero a un polímero de cloropreno no está fundamentalmente limitada, pero preferiblemente no es menor del 65% en masa y menor del 90% en masa. Cuando la tasa de conversión por polimerización es menor del 65%, un látex de polímero tiene un menor contenido sólido, y el proceso de secado después de la aplicación de un adhesivo puede estar agravado, o una capa de adhesión puede ser difícil de igualar. Además, un monómero restante puede causar problemas de olor o deterioro de pegajosidad o fuerza adhesiva. Cuando la tasa de conversión por polimerización es el 90% en masa o más, un polímero puede tener más ramificaciones o puede tener un mayor peso molecular para producir una distribución de peso molecular más amplia, y esto puede causar problemas de deterioro de las propiedades de contacto y resistencia al agua, que son propiedades importantes en la presente invención. Cuando se usa, un polímero que tiene una relación de conversión del 90% en masa o más preferiblemente se usa como un componente auxiliar para un polímero que tiene una relación de conversión de menos del 90% en masa. La tasa de conversión por polimerización (% en masa) se determina según  $[(\text{masa de polímero}/\text{masa total de los monómeros}) \times 100]$ .

El polímero de cloropreno se puede polimerizar a una temperatura que varía de 5 a 45°C, pero la polimerización a baja temperatura de 5 a 20°C es particularmente preferida. Se sabe típicamente que los enlaces trans-1,4 representan el 85% o más, y la estructura molecular de los mismos tiene una regularidad comparativamente alta. Debido a la alta regularidad de la estructura molecular, el polímero de cloropreno tiene la naturaleza como un polímero cristalino típico. En particular, cuando se realiza la polimerización a una baja temperatura de 5 a 20°C, la tasa de enlace trans-1,4 en una molécula de policloropreno aumenta adicionalmente, y esto puede aumentar la velocidad de cristalización para lograr suficiente fuerza adhesiva de un adhesivo acuoso que se va a producir. Desde el punto de vista de un aumento de la velocidad de cristalización, un uso en combinación de un monómero que altera la regularidad de una estructura molecular diferente de cloropreno también es desfavorable, y, por tanto, si se usa, tal monómero se debe usar en tal pequeña cantidad que no altere la fuerza adhesiva tanto como sea posible.

Como el iniciador para la polimerización, se puede usar un iniciador de polimerización por radicales común. Por ejemplo, para la polimerización en emulsión, se usa un peróxido orgánico o inorgánico común tal como peróxido de benzoilo, persulfato de potasio, y persulfato de amonio o un compuesto azo tal como azobisisobutironitrilo. Además, un promotor catalítico tal como un sulfonato de antraquinona, sulfito de potasio, y sulfito de sodio, se puede usar apropiadamente en combinación.

En una producción común de un polímero de cloropreno, se añade un terminador de polimerización para parar la reacción cuando se alcanza un grado de polimerización predeterminado, con el fin de dar un polímero que tiene un peso molecular y distribución deseados. El terminador de polimerización no está limitado a terminadores particulares, y específicamente, fenotiazina, p-t-butilcatecol, hidroquinona, hidroquinona monometil éter, y dietilhidroxilamina, se pueden usar, por ejemplo.

La concentración de contenido sólido de la emulsión de polímero de cloropreno en el látex de polímero de cloropreno no está limitada a valores particulares, pero es típicamente del 40 al 65% en masa. La tasa del látex de polímero de cloropreno en el látex de polímero de cloropreno de la presente invención es del 50 al 85% en masa en términos de contenido sólido. Cuando la tasa es menor del 50% en masa, una capa adhesiva no logra tener una textura blanda, y no se proporciona efecto sinérgico por la adición del látex de polímero acrílico descrito posteriormente. Cuando la tasa es mayor del 85% en masa, la estabilidad de almacenamiento se puede deteriorar, o la fuerza adhesiva inicial se puede alterar, sin la adición del regulador de pH descrito posteriormente.

El polímero de cloropreno es comúnmente probable que se degrade por oxígeno. En la presente invención, un estabilizante apropiado tal como un antioxidante y un aceptor de ácido se usa preferiblemente siempre que los efectos ventajosos de la invención no se alteren.

Al añadir del 0,01 al 5% en masa de un aceptor de ácido o del 0,1 al 3% en masa de un antioxidante al polímero de cloropreno, se obtiene una composición que da una película entrecruzada que tiene flexibilidad con mayor estabilidad temporal. Cuando una materia prima que se va a usar en el látex de polímero de cloropreno es insoluble en agua o

desestabiliza el estado coloidal del látex de polímero, se prepara previamente una dispersión acuosa y después se añade al látex de polímero.

El aceptor de ácido añadido al látex de polímero de cloropreno no está limitado a aceptores particulares, pero se ejemplifica específicamente por óxido de cinc e hidrotalcita (fabricado por Kyowa Chemical Industry Co., Ltd., DHT-4A, DHT-6, por ejemplo). Se pueden usar en combinación dos o más de estos aceptores de ácidos. La cantidad de aceptor de ácido es preferiblemente del 0,01 al 5% en masa y más preferiblemente del 0,05 al 1% en masa relativo al contenido sólido del látex de polímero de cloropreno (polímero de cloropreno). Cuando la cantidad es menor del 0,01% en masa, el ácido clorhídrico eliminado generado de un polímero después de su uso en una composición adhesiva está insuficientemente neutralizado. Cuando la cantidad es mayor del 5% en masa, la pegajosidad o fuerza adhesiva se deteriora. Además, una composición de látex de polímero tiene mala estabilidad coloidal, que es probable que cause problemas que incluyen sedimentación.

(B) Látex de polímero acrílico que contiene un polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C (de aquí en adelante llamado "látex de polímero acrílico")

El látex de polímero acrílico se añade con el fin de mantener la fuerza adhesiva inicial de un adhesivo que incluye una composición de látex, así como para controlar la estabilidad de almacenamiento de la misma y la textura (dureza) de una capa adhesiva.

En general, cuando un látex de polímero de cloropreno y un látex de polímero acrílico se mezclan, la estabilidad coloidal se deteriora, y es probable que esto produzca aglomeración o sedimentación, por ejemplo.

En la presente invención, se usa un látex de polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C con el fin de prevenir que la estabilidad coloidal se deteriore. Tal látex de polímero acrílico se prepara por (co)polimerización de un éster (met)acrílico junto con un monómero que contiene un grupo funcional, un monómero que tiene un grupo entrecruzable a una temperatura normal y/u otro monómero copolimerizable, según sea necesario.

Los ejemplos del éster (met)acrílico incluyen (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de glicidilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de estearilo, y (met)acrilato de bencilo. Estos ésteres se pueden usar individualmente o como una mezcla de dos o más de ellos.

Los ejemplos del monómero que contiene un grupo funcional incluyen ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido itacónico, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de dimetilaminoetilo, acrilato de 1,6-hexanodiol, y metacrilato de alilo. Estos monómeros se pueden usar individualmente o como una mezcla de dos o más de ellos. El contenido del monómero que contiene un grupo funcional en un copolímero es preferiblemente el 7% en masa y más preferiblemente el 5% en masa o menos. Cuando el contenido es mayor del 7% en masa, un producto puede ser inestable y es probable que forme un gel en algunos casos.

Los ejemplos del monómero que tiene un grupo entrecruzable a una temperatura normal incluyen derivados de hidracina tal como dihidracida del ácido adípico, dihidracida del ácido glutárico, dihidracida del ácido isoftálico, dihidracida del ácido oxálico, dihidracida del ácido malónico, dihidracida del ácido succínico, dihidracida del ácido sebáico, dihidracida del ácido maleico, dihidracida del ácido fumárico, dihidracida del ácido itacónico, etilen-1,2-dihidracina, propilen-1,3-dihidracina, y butilen-1,4-dihidracida. Estos monómeros se pueden usar individualmente o como una mezcla de dos o más de ellos. El contenido de la unidad de monómero que tiene un grupo entrecruzable a temperatura normal en un copolímero es preferiblemente el 10% en masa o menos. Cuando el contenido es más del 10% en masa, el efecto de mejorar la fuerza adhesiva inicial se puede reducir.

Los ejemplos del otro monómero copolimerizable incluyen (met)acrilonitrilo, estireno, acetato de vinilo, y alcohol alílico. Estos monómeros se pueden usar individualmente o como una mezcla de dos o más de ellos. El contenido de la unidad del otro monómero copolimerizable en un copolímero es preferiblemente el 10% en masa o menos y más preferiblemente el 5% en masa o menos. Cuando el contenido es más del 10% en masa, un producto puede ser inestable y es probable que forme un gel en algunos casos.

El látex de polímero acrílico se prepara por polimerización de tal componente monómero según un método de polimerización en emulsión conocido. Respecto a las condiciones de polimerización en emulsión, se usan de 100 a 900 partes en peso de agua relativo a 100 partes en peso de todos los componentes de monómeros, y la polimerización se realiza típicamente a una temperatura de polimerización de 10 a 90°C, preferiblemente de 40 a 80°C, y comúnmente durante 3 a 15 horas.

El polímero acrílico en el látex de polímero acrílico tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C y preferiblemente de -35 a -15°C. Cuando la temperatura de transición vítrea es menor de -40°C, el poder cohesivo se reduce y por tanto la fuerza adhesiva inicial se deteriora. Cuando la temperatura de transición vítrea es mayor de -10°C, se pierde la pegajosidad, y la fuerza adhesiva inicial y las propiedades de contacto se deterioran notablemente.

El punto de transición vítrea de un látex de polímero acrílico es un valor determinado usando un calorímetro diferencial de barrido (DSC) fabricado por Rigaku Corporation en las siguientes condiciones.

1. Aproximadamente 5 gramos de un látex acrílico (en términos de contenido sólido) se extienden en una placa de vidrio y se secan a 25°C durante 7 días, lo que da una película de polímero.

2. Se determina el punto de transición vítrea de la película seca obtenida. Específicamente, la medida se realizó con una cantidad de muestra de 20 mg en una atmósfera de nitrógeno a una velocidad de aumento de temperatura de 20°C/min.

La concentración de contenido sólido del látex de polímero acrílico no está limitada a valores particulares, pero es típicamente del 35 al 65% en masa. La tasa del látex del polímero acrílico en la composición de látex de polímero de cloropreno de la presente invención es del 15 al 50% en masa en términos de contenido sólido. Cuando la tasa es menor del 15% en masa, una capa adhesiva no logra tener una textura blanda. Cuando la tasa es mayor de 50% en masa, no se proporciona efecto sinérgico por la adición del látex de polímero acrílico al látex de polímero de cloropreno descrito anteriormente, y la fuerza adhesiva inicial se deteriora notablemente.

La viscosidad del látex acrílico usado en la presente invención no está limitada a valores particulares, pero es preferiblemente 1.000 mPa·s o menor desde el punto de vista de la viabilidad de mezcla. La viscosidad es un valor determinado usando un viscosímetro Brookfield (tipo BM fabricado por Tokyo Keiki, Inc.) con un rotor No. 2 a 25°C.

Tal látex de resina acrílica se ejemplifica por AE-337 (producto comercial) fabricado por Emulsion Technology Co., Ltd., Nipol LX874 (producto comercial) fabricado por Zeon Corporation, y FK-474 (producto comercial) fabricado por Chuorika.

(C) Regulador de pH

El regulador de pH se añade con el fin de mejorar la fuerza adhesiva inicial o la estabilidad de almacenamiento de una composición de látex. Como el regulador de pH, se puede usar un ácido débil o un tampón, y se usa ácido bórico o al menos un compuesto seleccionado de aminoácidos que tienen un punto isoeléctrico de 5,5 a 6,5.

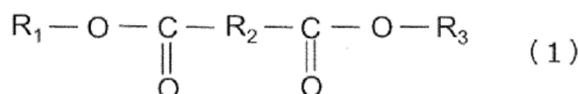
El aminoácido que tiene un punto isoeléctrico de 5,5 a 6,5 está específicamente ejemplificado por glicina (5,97), alanina (6,00), treonina (6,16) y prolina (6,30). Desde el punto de vista de coste, rendimiento adhesivo, facilidad de manejo, y otras propiedades, se usa preferiblemente glicina, que es un aminoácido.

La cantidad del regulador de pH no está limitada a valores particulares, pero se pretende que se use tal cantidad como para permitir que una composición adhesiva tenga un pH de 7 a 10. Más preferiblemente, el pH deseablemente se ajusta en un intervalo de 8 a 10.

Cuando se usa como el regulador de pH, el ácido bórico se usa preferiblemente como una solución acuosa que tiene una concentración del 5% debido a la facilidad de manejo. Cuando se usa como el regulador de pH, la glicina se usa preferiblemente en una cantidad de 1 a 20 partes en masa, más preferiblemente de 2 a 16 partes en masa, e incluso más preferiblemente de 3 a 13 partes en masa relativa a 100 partes en masa de un látex de polímero de cloropreno (contenido sólido). Cuando el regulador de pH se usa en una cantidad excesivamente pequeña, no se expresa suficiente fuerza adhesiva, y la estabilidad de almacenamiento se deteriora. Cuando el regulador de pH se usa en una cantidad excesiva, el coste aumenta, se generan aglomerados en el momento de la adición, o la estabilidad de almacenamiento se deteriora.

La composición de látex de la presente invención puede contener, además de los componentes anteriores (A), (B), y (C), (D) de 1 a 20 partes en masa de un plastificante representado por la fórmula general (1).

[Fórmula química 1]



(En la fórmula, R<sub>1</sub> y R<sub>3</sub> son un grupo alquilo alifático que tiene de 1 a 3 átomos de carbono o un átomo de hidrógeno; R<sub>1</sub> y R<sub>3</sub> pueden ser la misma estructura o estructuras diferentes; y R<sub>2</sub> es un grupo alquilo alifático que tiene de 5 a 20 átomos de carbono).

Al añadir el plastificante anterior, una capa adhesiva que se va a obtener puede tener una textura blanda, o la fuerza adhesiva se puede mantener incluso cuando el tiempo abierto (O.T.) se extiende.

La cantidad del plastificante representado por la fórmula general (1) es preferiblemente de 1 a 20 partes en masa, más preferiblemente de 2 a 15 partes en masa, e incluso más preferiblemente de 5 a 10 partes en masa relativo a 100 partes en masa de la composición de látex (contenido sólido). Una composición de látex que contiene el plastificante en una cantidad pequeña puede dar una menor fuerza adhesiva cuando se extiende el tiempo abierto. Una composición de látex que contiene el plastificante en una gran cantidad puede dar una fuerza adhesiva inicial menor o ser desventajoso en coste.

La composición de látex de la presente invención preferiblemente contiene (E) un antioxidante de fenol estéricamente impedido. El antioxidante de fenol estéricamente impedido tiene un efecto de mejorar la descoloración o higiene de una línea de pegamento cuando la composición de látex se transforma en un adhesivo. Los ejemplos del antioxidante de fenol estéricamente impedido incluyen 2,2'-metileno-bis(4-etil-6-tert-butilfenol), 2,2'-metileno-bis(4-metil-6-tert-butilfenol), 4,4'-butilideno-bis(3-metil-6-tert-butilfenol) y un producto de reacción butilado de p-cresol y dicitropentadieno. La cantidad del antioxidante de fenol estéricamente impedido es preferiblemente del 0,1 al 3% en masa y más preferiblemente del 0,5 al 2% en masa relativo a 100 partes en masa del contenido sólido de la composición de látex. Cuando el antioxidante se añade en una cantidad de menos del 0,1% en masa, el efecto antioxidante es insuficiente. Cuando la cantidad es mayor del 3% en masa, la adherencia o fuerza adhesiva se puede deteriorar.

La composición de látex de la presente invención puede contener de forma apropiada aditivos diferentes de los anteriores, incluyendo un relleno, un fijador, un pigmento, un agente colorante, un agente humectante, un agente antiespuma, y un espesante siempre que los efectos ventajosos de la invención no se alteren. Se puede añadir una emulsión de resina adicional (látex) accesoriamente en una cantidad de hasta el 10% en masa (en términos de contenido sólido) de toda la composición. Los ejemplos específicos de la emulsión incluyen emulsiones de resina de acetato de vinilo (modificado), una mezcla de acetato de vinilo y acrílico, una mezcla de acrílico y estireno, y uretano.

A un pH de menos de 9, el coloide de un componente de polímero de cloropreno se desestabiliza. El látex de polímero acrílico típicamente tiene un pH de 6,0 a 8. Por este motivo, la composición de látex de la presente invención se prepara preferiblemente mediante el siguiente procedimiento: primero, a (A) el látex de polímero de cloropreno, se añade el regulador de pH (C); y después se mezcla (B) el látex de polímero acrílico. Cada componente auxiliar se añade preferiblemente como un líquido de dispersión acuosa.

La composición de látex preparada como anteriormente se puede usar como un adhesivo acuoso monocomponente sin tratamiento.

Las superficies de adhesión preferidas del adhesivo acuoso monocomponente de la presente invención incluyen espumas hechas de poliuretano, un copolímero de etileno-acetato de vinilo, polietileno, y materiales similares y superficies de adhesión que absorben agua tal como madera, tela, y tela tejida.

La composición de látex de polímero producida en tales condiciones como se ha descrito anteriormente da una capa adhesiva blanda, que se puede usar adecuadamente como un adhesivo acuoso monocomponente que tiene fuerza adhesiva inicial, propiedades de contacto, resistencia al agua, propiedades de recubrimiento por rociado y estabilidad de almacenamiento excelentes.

### Ejemplos

La presente invención se describirá específicamente a continuación con referencia a los ejemplos. No se pretende que estos ejemplos limiten la presente invención. En los siguientes ejemplos, parte y % se basan en masa a menos que se indique otra cosa.

[Látex de polímero de cloropreno]

Producción de látex de polímero de cloropreno A

En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,06 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 65%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxilquienalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno A. El látex de polímero de cloropreno A tenía un contenido de gel del 0%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

## Producción de látex de polímero de cloropreno B

5 En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,06 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 70%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno B. El látex de polímero de cloropreno B tenía un contenido de gel del 5%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

## Producción de látex de polímero de cloropreno C

20 En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,06 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 85%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno C. El látex de polímero de cloropreno C tenía un contenido de gel del 30%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

## Producción de látex de polímero de cloropreno D

35 En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,06 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 90%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno D. El látex de polímero de cloropreno D tenía un contenido de gel del 40%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

## Producción de látex de polímero de cloropreno E

50 En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,14 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 80%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno E. El látex de polímero de cloropreno E tenía un contenido de gel del 15%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 100.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

65 Producción de látex de polímero de cloropreno F

En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,10 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 80%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno F. El látex de polímero de cloropreno F tenía un contenido de gel del 15%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 250.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,5.

#### 15 Producción de látex de polímero de cloropreno G

En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,10 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 5°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 80%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno G. El látex de polímero de cloropreno G tenía un contenido de gel del 15%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,0.

#### 30 Producción de látex de polímero de cloropreno H

En un recipiente de reacción que tiene un volumen interno de 3 l, se colocaron 100 partes de agua pura, 5 partes de rosinato de sodio, 0,5 partes de hidróxido de potasio, 0,3 partes de una sal de sodio de un condensado de formaldehído y ácido naftalenosulfónico, y 0,3 partes de hidrogenosulfito de sodio bajo una corriente de nitrógeno, y se disolvieron. A la solución en agitación, se añadieron 100 partes de un monómero de cloropreno y 0,08 partes de n-dodecil mercaptano. Como iniciador, se usaron 0,1 partes en peso de persulfato de potasio para polimerizar el monómero a 10°C en una atmósfera de nitrógeno. Cuando el grado de polimerización final alcanzó el 80%, se añadió una emulsión de fenotiazina para parar la polimerización. Se eliminó un monómero sin reaccionar a presión reducida, y después al producto en agitación, se añadieron 0,3 partes de un polioxialquilenalquil éter como un estabilizante de baja temperatura relativo a 100 partes de contenido sólido. La mezcla se concentró por evaporación adicional de agua a presión reducida, y el producto se ajustó para tener una concentración de contenido sólido del 55% en masa, dando un látex de polímero de cloropreno H. El látex de polímero de cloropreno H tenía un contenido de gel del 15%, y el componente soluble en tolueno (sol) tenía un peso molecular medio en número (Mn) de 300.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 4,0.

El contenido de gel de un látex de polímero de cloropreno, y el peso molecular medio en número (Mn) y la distribución de peso molecular (Mw/Mn) de un componente soluble en tolueno (sol) se determinaron mediante los siguientes procedimientos.

#### 50 [Contenido de gel]

Cada muestra se liofilizó, y la muestra seca se pesó con exactitud para dar X. La muestra se disolvió en tolueno (ajustado al 0,6%), después se sometió a separación por centrifugación, y se filtró a través de una malla de alambre de malla 200 para separar un componente de gel. El componente de gel separado se secó al aire y después se secó en una atmósfera a 110°C durante 1 hora, y la masa se determinó con exactitud para dar Y.

El contenido de gel se calculó según la ecuación (2).

#### 60 [Ecuación 1]

$$\text{Contenido de gel} = \frac{Y}{X} \times 100 \quad (2)$$

#### 65 [Peso molecular medio en número (Mn) y distribución de peso molecular (Mw/Mn) del componente soluble en tolueno (sol)]

Se realizó medida de GPC en las siguientes condiciones para determinar el peso molecular en términos de poliestireno, y se determinaron el peso molecular medio en peso (Mw), el peso molecular medio en número (Mn), y la distribución de peso molecular (Mw/Mn). La medida se realizó usando una solución de tetrahidrofurano (THF) al 0,1% preparada del componente soluble en tolueno (sol) separado en la medida de contenido de gel.

- 5 Dispositivo de medida: HLC-8120GPC fabricado por Tosoh Corporation
- Columna para análisis: tres columnas de TSK-GEL GMH<sub>HR</sub>-H (5 μm) con dimensiones de 7,8 mmφ × 300 mm, fabricadas por Tosoh Corporation.
- 10 Precolumna: precolumna TSK- precolumna TSK-precolumna H<sub>HR</sub>-H (5 μm) con dimensiones de 6 mmφ × 40 mm
- Temperatura de la columna: 40°C
- 15 Solvente: THF (calidad garantizada)
- Velocidad de flujo: 1 ml/min
- [Látex de polímero acrílico]
- 20 Los látex de polímero acrílico I a V usados en los látex de polímero de cloropreno de los ejemplos y ejemplos comparativos son los siguientes látex.
- I: AE-337 (Tg = -30°C) (fabricado por Emulsion Technology Co., Ltd.)
- 25 II: Nipol LX874 (Tg = -31°C) (fabricado por Zeon Corporation)
- III: FK-474 (Tg = -30°C) (fabricado Chuorika)
- IV: AE200A (Tg = -45°C) (fabricado por Emulsion Technology Co., Ltd.)
- V: Nipol LX844C (Tg = -32°C) (fabricado por Zeon Corporation)
- 30 El pH, la viscosidad (mPa·s), el contenido sólido (% en masa), y el punto de transición vítrea (Tg) de cada uno de los látex de polímeros acrílicos I a V se determinaron por los siguientes procedimientos, y se muestran en la tabla 1.
- [pH]
- 35 Para el pH de un látex de polímero de cloropreno o una composición adhesiva, la temperatura de un látex de polímero de cloropreno se ajustó a 20°C, y después el pH se determinó con un pH metro, tipo F-22, fabricado por Horiba, Ltd.
- [Viscosidad]
- 40 Se usó un viscosímetro Brookfield (viscosímetro tipo RB-L80 fabricado por Toki Sangyo Co., Ltd) para determinar una viscosidad a 30 rpm, η<sub>30</sub>, con un rotor No. 1 en condiciones de 60 segundos y 25°C.
- [Concentración del contenido sólido]
- 45 La concentración del contenido sólido se calculó según la siguiente expresión, donde α es la masa de solo una placa de aluminio, β es la masa de una placa de aluminio con 2 ml de una muestra de látex de policloropreno, y γ es la masa de una placa de aluminio con una muestra de látex después de secar a 110°C durante 3 horas.
- Concentración de contenido sólido (% en masa) =  $\{(\gamma - \alpha)/(\beta - \alpha)\} \times 100$
- 50 [Punto de transición vítrea (Tg)]
- El punto de transición vítrea es un valor (temperatura de transición vítrea) dado como una variación basal determinada usando un calorímetro diferencial de barrido (DSC) (EXSTAR6000 DCS6200R; Seiko Instruments Inc). Para la medida de un punto de transición vítrea, una muestra se dejó reposar a 23°C durante 30 minutos; después la temperatura se disminuyó a -100°C a -10°C/min; a continuación, la muestra se dejó reposar durante 10 minutos; y después se realizó el análisis térmico diferencial mientras que la temperatura de la muestra se aumentó de -100°C a 100°C a una velocidad de aumento de temperatura de 20°C/min. Las condiciones de medida diferentes de la velocidad de aumento de la temperatura fueron según JIS K7121.
- 60

[Tabla 1]

Látex de polímero acrílico	I	II	III	IV	V
pH	7,5	6,5	7,5	8,0	7,5
Viscosidad [mPa·s]	55	20	≤ 1000	80	70
Concentración de contenido sólido [% en masa]	48,5	45,0	55,0	51,0	55
Punto de transición vítrea (Tg) [°C]	-30	-31	-30	-45	32

[Regulador de pH]

5 Los reguladores de pH de a hasta g usados en las composiciones adhesivas acuosas de los ejemplos y ejemplos comparativos son los siguientes reguladores.

- 10 a. glicina (punto isoeléctrico: 5,97)  
 b. alanina (punto isoeléctrico: 6,00)  
 c. treonina (punto isoeléctrico: 6,16)  
 d. solución de ácido bórico acuosa al 5% (preparada disolviendo 5 g de ácido bórico (polvo) en 95 g de agua pura)  
 e. prolina (punto isoeléctrico: 6,30)  
 15 f. fenilalanina (punto isoeléctrico: 5,48)  
 g. histidina (punto isoeléctrico: 7,59)

[Preparación de adhesivo acuoso monocomponente]

20 A 100 partes en masa (en términos de contenido sólido) de cada uno de los látex de polímero de cloropreno de A hasta H, se añadió un regulador de pH de a hasta g en una cantidad (partes en masa) mostrada en la tabla 2. La mezcla obtenida se mezcló con un látex de polímero acrílico de I hasta V de modo que diera tal tasa de mezclado (partes en masa) respecto al látex de polímero de cloropreno como se muestra en la tabla 2, dando los adhesivos acuosos monocomponentes de los ejemplos 1 a 17 y los ejemplos comparativos 1 a 14.

25 Se determinaron la fuerza adhesiva inicial, las propiedades de recubrimiento por rociado, la estabilidad de almacenamiento y la textura de la capa adhesiva de cada uno de los adhesivos acuosos monocomponente obtenidos mediante los siguientes procedimientos y los resultados de las pruebas se muestran en la tabla 2.

[Fuerza adhesiva inicial]

30 Se usaron espumas de poliuretanos que tenían una densidad de 30 kg/m<sup>3</sup> (20 mm de espesor × 50 mm de longitud × 50 mm de anchura) como una superficie de adhesión, y un adhesivo acuoso monocomponente obtenido se aplicó por rociado en una atmósfera a 23°C usando una pistola rociadora de tipo monocomponente, Iwata W-77 (fabricada por Anest Iwata Corporation) con un tamaño de boquilla de 2,5 mm de modo que diera una cantidad de recubrimiento de  
 35 70 g/m<sup>2</sup>. Las espumas recubiertas se dejaron reposar en una atmósfera a 23°C durante 1 minuto, después las superficies adhesivas de dos espumas de poliuretano se superpusieron una sobre la otra mientras el adhesivo acuoso monocomponente no estaba seco por completo, y el total se comprimió de un espesor de 40 mm a un espesor de 10 mm y se mantuvo durante 5 segundos. Inmediatamente después de la compresión, se usó una máquina para pruebas de tracción (Autograph fabricado por Shimadzu Corporation: una velocidad de tracción de 200 mm/min) para realizar  
 40 un ensayo de tracción en la dirección perpendicular a la superficie adhesiva, determinando la fuerza adhesiva inicial (N/cm<sup>2</sup>). Una muestra que tiene una fuerza adhesiva inicial de 3,0 N/cm<sup>2</sup> o más se evalúa como aceptación.

[Propiedades de recubrimiento por rociado]

45 Cuando se preparó una muestra para determinar la fuerza adhesiva inicial, el estado de recubrimiento de un adhesivo y el estado de la pistola de rociado se observaron visualmente. Un adhesivo que da un recubrimiento uniforme y homogéneo se evaluó como ○, mientras que un adhesivo que da irregularidad o puntos o que produce que una pistola de rociado se atasque se evaluó como ×.

50 [Estabilidad de almacenamiento]

Después del tratamiento con calor de 250 g de un adhesivo acuoso monocomponente a 40°C durante 7 días, se determinó si la viscosidad aumentó o no, y se observó el estado. Un adhesivo acuoso monocomponente que tiene una viscosidad constante se evaluó como ○, un adhesivo acuoso monocomponente cuya viscosidad aumentó se  
 55 evaluó como Δ, y un adhesivo acuoso monocomponente que solidificó o generó aglomerados se evaluó como ×.

[Textura de la capa adhesiva]

60 De la misma manera que el método de evaluación de fuerza adhesiva inicial, se usaron espumas de poliuretano que tenían una densidad de 30 kg/m<sup>3</sup> (20 mm de espesor × 50 mm de longitud × 50 mm de anchura) como una superficie

de adhesión, y un adhesivo acuoso monocomponente obtenido se aplicó por rociado en una atmósfera a 23°C para dar una cantidad de recubrimiento de 70 g/m<sup>2</sup>. Las espumas recubiertas se dejaron reposar en una atmósfera a 23°C durante 1 minuto, después las superficies adhesivas de dos espumas de poliuretano se superpusieron una sobre la otra mientras el adhesivo acuoso monocomponente no estaba seco por completo, y el total se comprimió de un espesor de 40 mm a un espesor de 10 mm y se mantuvo durante 5 segundos. Las espumas después se dejaron reposar a 23°C durante 24 horas, y la textura de la capa adhesiva se evaluó al tocar con el dedo. Una capa adhesiva que tenía una textura igual a la de la espuma de poliuretano se evaluó como ○, una capa adhesiva que tenía una textura ligeramente más dura que la de la espuma de poliuretano se evaluó como Δ, y una capa adhesiva que tenía una textura más dura que la de la espuma de poliuretano se evaluó como ×.

[Tabla 2]

		Ejemplo																
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Formulación	Látex de polímero de cloropreno																	
	Tipo	A	B	C	D	E	F	G	H	F	F	F	F	F	F	F	F	F
	Tasa en la mezcla	75	75	75	75	75	75	75	75	50	85	75	75	75	75	75	75	75
	Látex de polímero acrílico																	
	Tipo	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	II	III	I	I	I	I	I
	Tasa en la mezcla	25	25	25	25	25	25	25	25	25	50	15	25	25	25	25	25	25
	Regulador de pH																	
Tipo	a	a	a	a	a	a	a	a	a	a	a	a	b	c	d	e	a	
Cantidad en la mezcla	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	6
Evaluación	Fuerza adhesiva inicial (N/cm <sup>2</sup> )	4.8	4.8	4.5	4.0	4.9	5.1	5.4	5.1	3.4	5.2	5.1	4.4	4.7	4.5	4.4	4.4	4.5
	Propiedades de recubrimiento por spray	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Estabilidad de almacenamiento	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Textura de la capa adhesiva	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

[Tabla 3]

		Ejemplo Comparativo													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Formulación	Látex de polímero de cloropreno														
	Tipo	F	F	F	F	F	F	F	F	F	F	F	F	F	F
	Tasa en la mezcla	45	90	45	90	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
	Látex de polímero acrílico														
	Tipo	I	I	I	I	I	I	I	I	IV	V	IV	V	I	I
	Tasa en la mezcla	55	10	55	10	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
	Regulador de pH														
Tipo	a	a	d	d	a	a	d	d	a	a	d	d	f	g	
Cantidad en la mezcla	4	4	4	4	2	8	2	8	4	4	4	4	4	4	
Evaluación	Fuerza adhesiva inicial (N/cm <sup>2</sup> )	2.8	4.3	2.5	3.9	4.2	5.0	3.1	4.4	1.2	3.2	1.1	2.9	No disponible para evaluación	
	Propiedades de recubrimiento por spray	○	×	○	○	×	×	○	×	○	○	○	○		
	Estabilidad de almacenamiento	○	×	○	×	×	×	×	×	○	○	○	○		
	Textura de la capa adhesiva	○	×	○	×	○	○	○	○	○	×	○	×		

Como se muestra por los resultados de evaluación en la tabla 2 y la tabla 3, los adhesivos acuosos monocomponentes de los ejemplos 1 a 19 que tienen una formulación en el intervalo definido por la presente invención tenían buena fuerza adhesiva inicial y estabilidad de almacenamiento y dieron una capa adhesiva con una textura blanda. En contraste, en los ejemplos comparativos 1, 3, 9, 11 y 12 en los que se incluyeron los componentes definidos por la presente invención, pero una tasa de formulación estaba fuera del intervalo definido, la fuerza adhesiva inicial fue insuficiente. En los ejemplos comparativos 2, y 4 a 8, la estabilidad de almacenamiento era insuficiente, y en los ejemplos comparativos 2, 4, 10 y 12, la capa adhesiva tenía textura más dura que la de la espuma de poliuretano. En los ejemplos comparativos 13 y 14, se generaron aglomerados o se produjo un fenómeno de solidificación cuando se preparó un adhesivo acuoso monocomponente, y no se pudo realizar la evaluación.

**REIVINDICACIONES**

- 5
1. Un método para producir una composición de látex que comprende añadir (C) un regulador de pH a (A) un látex de polímero de cloropreno, y después mezclar (B) un látex de polímero acrílico
- en donde la composición de látex comprende:  
 (A) el látex de polímero de cloropreno;  
 (B) el látex de polímero acrílico; y  
 (C) el ajustador de pH,
- 10
- en donde (A) el látex de polímero de cloropreno contiene un polímero de cloropreno,  
 en donde (B) el látex de polímero acrílico contiene un polímero acrílico que tiene una temperatura de transición vítrea de -40 a -10°C,  
 en donde (C) el regulador de pH es de 3 a 6 partes en masa (en términos de contenido sólido) de ácido bórico o al menos un compuesto seleccionado de aminoácidos que tienen un punto isoeléctrico de 5,5 a 6,5,  
 en donde la tasa de (A) el látex de polímero de cloropreno en la composición de látex es del 50 al 85% en masa en términos de contenido sólido, y  
 en donde la tasa de (B) el látex de polímero acrílico en la composición de látex es del 15 al 50% en masa en término de contenido sólido.
- 15
- 20
2. El método para producir una composición de látex según la reivindicación 1, en donde el polímero de cloropreno es un homopolímero de cloropreno, un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno, o una mezcla de un homopolímero de cloropreno y un copolímero de cloropreno y 2,3-dicloro-1,3-butadieno.
- 25
3. El método para producir una composición de látex según la reivindicación 1 o 2, en donde el polímero de cloropreno tiene un contenido de gel (contenido insoluble en tolueno) del 5 al 30% en masa o menos, y un componente soluble en tolueno tiene un peso molecular medio en número de 200.000 a 500.000 y una distribución de peso molecular (Mw/Mn) de 2,0 a 4,0.
- 30
4. El método para producir una composición de látex según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el polímero de cloropreno tiene una tasa de conversión por polimerización del monómero de no menos del 65% en masa y menos del 90% en masa.
- 35
5. El método para producir una composición de látex según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde una lámina seca preparada al secar la composición de látex tiene una dureza en durómetro (tipo A) definida mediante JIS 6253-3 de 30 a 80.