



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 271 552**

51 Int. Cl.:
C09J 201/10 (2006.01)
C09D 201/10 (2006.01)
C09J 175/04 (2006.01)
C08G 18/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03714733 .7**
86 Fecha de presentación : **06.02.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1476522**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **17.11.2004**

54 Título: **Granulado de revestimiento y/o adhesivo reactivo de un sólo componente.**

30 Prioridad: **19.02.2002 DE 102 06 992**
13.03.2002 DE 102 10 956

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

73 Titular/es: **Jowat AG.**
Ernst-Hilker-Strasse 10-14
32758 Detmold, DE

72 Inventor/es: **Hippold, Theodor;**
Starck, Felix y
Terfloth, Christian

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 271 552 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

Granulado de revestimiento y/o adhesivo reactivo de un sólo componente.

5 El presente invento se refiere a granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente, a procedimientos para su preparación, así como a su utilización.

Se conocen en un gran número adhesivos de revestimiento y fusibles. Por ejemplo, se utilizan materiales de revestimiento y adhesivos de poliuretanos que contienen grupos isocianatos.

10 En el caso de estos materiales de revestimiento y adhesivos de poliuretanos se trata, por ejemplo, de poliuretanos, que contienen grupos isocianatos, que se endurecen por humedad o bien se reticulan por humedad, los cuales son sólidos a la temperatura ambiente y se aplican como un adhesivo en forma de su masa fundida. Los componentes poliméricos de estos adhesivos son grupos de poliuretanos, así como grupos isocianatos reactivos. Mediante enfriamiento de una masa fundida aplicada, se efectúa primeramente un fraguado físico rápido del adhesivo fusible por medio de su solidificación. A esto le sigue una reacción química de los grupos isocianatos que todavía están presentes, con la humedad del entorno para dar un material reticulado infusible. Para muchas aplicaciones, estos adhesivos de poliuretanos que contienen grupos isocianatos, están exentos de disolventes y son viscosos. Acerca de detalles adicionales referentes a polímeros de poliuretanos, que contienen grupos isocianatos, se puede remitir a la obra de H. F. Müller, H. Müller, *"Shaping Reactive Hotmelts Using LMW Copolyesters"*, Adhesive Age [Conformación de masas fundidas reactivas usando copoliésteres de peso molecular bajo, era de los adhesivos], Noviembre de 1987, páginas 32 a 35.

Alternativamente, se pueden preparar materiales de revestimiento y adhesivos reactivos sobre la base de polímeros con funcionalidad de silanos.

25 Se conocen composiciones sobre la base de polímeros que contienen grupos isocianatos o con funcionalidad de silanos para tales materiales de revestimiento y adhesivos, a partir del documento de solicitud de patente internacional WO 00/47687 A1, que describe un procedimiento para la preparación continua de un material de revestimiento y adhesivo de múltiples componentes sobre la base de polímeros terminados en isocianatos o con funcionalidad de silanos, así como su utilización para el pegamiento y respectivamente revestimiento. Estos materiales se preparan por 30 mezcladura de los componentes individuales, en particular mediando calentamiento hasta llegar a un estado líquido, y luego son aportados directamente a su utilización. En el caso de un material adhesivo sobre la base de isocianatos, los dos componentes consisten, por una parte, en un polímero de partida de elevado peso molecular y, por otra parte, en un agente reticulante reactivo, terminado en un isocianato. En el caso de la utilización de un material adhesivo y respectivamente de revestimiento sobre la base de polímeros con funcionalidad de silanos se llega a la reacción de un 35 polímero de partida de alto peso molecular con un agente reticulante reactivo con funcionalidad de silanos.

Es conocida la utilización de sistemas de múltiples componentes en la preparación de materiales de revestimiento y adhesivos fusibles. Acerca de esto se puede remitir, por ejemplo, a la obra "Handbook of adhesives" [Manual de los adhesivos], 2ª edición, páginas 581 y siguientes y la obra "The ICI polyurethanes book" [El libro ICI de los poliuretanos], 2ª edición, páginas 93 y siguientes. En el caso de estos sistemas de múltiples componentes se llega exclusivamente a una reacción de los componentes entre sí y, después de haberse efectuado la reacción, no se presenta ningún tipo de reactividad para reacciones consecutivas, por ejemplo con la humedad.

45 No obstante, para determinadas aplicaciones, puede ser deseada la utilización de sistemas de revestimiento y adhesivos, que se presentan como sistemas de un sólo componente; puesto que éstos no se tienen que mezclar entonces antes de su aplicación. Por el contrario, una mezcladura de los componentes individuales de un sistema de múltiples componentes es, por lo general, más costosa, y se tiene que integrar en un proceso de elaboración; para esto son necesarios, por lo general, equipos adicionales costosos, tales como, por ejemplo, dispositivos de dosificación para los diferentes componentes, y además de esto, existe en particular el peligro de errores de dosificación. También es 50 necesaria una rápida elaboración de los sistemas de múltiples componentes puestos a disposición, para que no se llegue, ya antes de la aplicación deseada, a una reacción de los componentes, en particular bajo la influencia de la humedad.

55 Ante estos antecedentes técnicos, la misión del presente invento consiste ahora en poner a disposición un granulado reactivo de un sólo componente, en particular un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, que como sistema de un sólo componente ya comprenda todos los componentes reactivos y materiales aditivos deseados y que se pueda utilizar sin dosificación previa.

60 Una misión adicional del presente invento consiste en poner a disposición un granulado reactivo de un sólo componente, en particular un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, que se pueda almacenar sin problemas y que se pueda tratar ulteriormente con facilidad y que, en este contexto, deba tener unas sobresalientes propiedades adhesivas y respectivamente de revestimiento.

65 Una misión adicional del presente invento consiste en la puesta a disposición de procedimientos eficientes para la preparación de tales granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente.

Primera forma de realización

Granulados reactivos de un sólo componente; en particular granulados de revestimiento y/o adhesivos de un sólo componente, sobre la base de isocianatos

De acuerdo con una primera forma de realización, es objeto del presente invento, por consiguiente, un procedimiento para la preparación de un granulado reactivo de un sólo componente, en particular de un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, de acuerdo con la reivindicación 1. Otras realizaciones se describen en las reivindicaciones 2 a 23 y 39 a 46 y 50.

En el caso de la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento, la preparación de la mezcla se efectúa en la etapa (a) preferiblemente mediando exclusión de la humedad, puesto que el di- y respectivamente poliisocianato tiende a la hidrólisis bajo la influencia de la humedad. Alternativa o adicionalmente, el polímero de partida, reactivo con isocianatos, se puede secar antes de, y respectivamente durante, la preparación de la mezcla en la etapa (a) mediante evacuación. Por el término evacuación se entiende conforme al invento cualquier aplicación de una presión reducida y respectivamente de un vacío, que sea suficiente para eliminar esencialmente una humedad perturbadora.

En el caso de la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento, de manera preferida se puede fundir primeramente el polímero de partida, reactivo con isocianatos, y luego en esta masa fundida se puede introducir el diisocianato y respectivamente poliisocianato. Conforme al invento, no obstante, también es posible fundir el diisocianato y respectivamente poliisocianato, en el que se introduce seguidamente el polímero de partida, reactivo con isocianatos.

La fusión de los componentes individuales se puede efectuar a unas temperaturas de 50°C a 300°C, en particular de 100°C a 275°C, de manera preferida de 150°C a 250°C.

En el caso del polímero de partida, reactivo con isocianatos, se trata, por lo general, de un polímero termoplástico, es decir de un polímero, que es termoplástico por debajo de las temperaturas a las que es reticulado con el diisocianato y/o poliisocianato. Por compuestos termoplásticos se entienden, conforme al invento, los polímeros que poseen un intervalo de transición al estado fluido por encima de la temperatura de uso. En su caso, en el estado ablandado es posible una elaboración para dar piezas moldeadas mediante compresión, extrusión, moldeo por inyección u otros procedimientos de conformación.

De acuerdo con la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento, como diisocianatos y respectivamente poliisocianatos se pueden emplear di- y/o poliisocianatos alifáticos y/o aromáticos. Estos diisocianatos y respectivamente poliisocianatos pueden tener en particular grupos NCO libres, situados en los extremos.

Los diisocianatos y respectivamente poliisocianatos, apropiados conforme al invento, se pueden escoger entre el conjunto que consiste en diisocianato-difenilmetanos (MDI's), en particular 4,4'-diisocianato-difenilmetano y 2,4'-diisocianato-difenilmetano, así como mezclas de diferentes diisocianato-difenilmetanos; 1,5-diisocianato-naftaleno (NDI); diisocianato-toluenos (TDI's), en particular 2,4-diisocianato-tolueno, así como TDI-uretdionas, en particular el 1-metil-2,4-fenilen-diisocianato dímero (TDI-U), y TDI-ureas; 1-isocianato-3-isocianatometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano (IPDI) y sus isómeros y derivados, en particular di-, tri- y polímeros, así como IPDI-isocianurato (IPDI-T); 3,3'-dimetil-bifenil-4,4'-diisocianato (TODI); 3,3'-diisocianato-4,4'-dimetil-N,N'-difenil-urea (TDIH); así como mezclas y prepolímeros de los compuestos precedentemente citados.

Diisocianatos y respectivamente poliisocianatos, especialmente preferidos conforme al invento, son diisocianatos y respectivamente poliisocianatos sustituidos asimétricamente, que tienen preferiblemente dos grupos NCO con diferente reactividad, situados en los extremos. Por lo tanto, se prefiere especialmente la utilización de 2,4'-diisocianato-difenilmetano en la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento. El 2,4'-diisocianato-difenilmetano posee dos grupos NCO diferentes situados en la posición 2 del primer anillo aromático y en la posición 4 del segundo anillo aromático. El grupo NCO que se encuentra en la posición 2 es - al contrario que el grupo NCO situado en la posición 4 - relativamente inerte para reaccionar y, por consiguiente, está a disposición durante un período de tiempo prolongado en el procedimiento conforme al invento. La diferente reactividad de los grupos NCO en las posiciones 2 y 4 se fundamenta en particular en la diferente accesibilidad estérica.

En la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento se pueden utilizar también mezclas de diferentes diisocianatos y respectivamente poliisocianatos. Conforme al invento, se prefiere especialmente una mezcla a base de 4,4'-diisocianato-difenilmetano y 2,4'-diisocianato-difenilmetano, preferiblemente con un contenido de 2,4'-diisocianato-difenilmetano de más que 20% en peso, en particular de más que 30% en peso, de manera preferida de más que 40% en peso, de manera muy especialmente preferida de más que 50% en peso. En este caso, los datos en peso se refieren a la mezcla de isocianatos. Un ejemplo de una mezcla, apropiada conforme al invento, de 4,4'-diisocianato-difenilmetano y de 2,4'-diisocianato-difenilmetano es la mezcla de productos, líquida a la temperatura ambiente, vendida por la entidad Bayer AG bajo la denominación Desmodur® VP KA 8616.

La utilización de mezclas, como las que se ha descrito precedentemente, de 4,4'-diisocianato-difenilmetano y 2,4'-diisocianato-difenilmetano en la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento, conduce a un

producto, que se reticula ya a la temperatura ambiente bajo la acción de la humedad, siendo activado y respectivamente acelerado el proceso de reticulación por la acción de calor, y siendo necesaria la acción de calor para procesos de adhesión (pegajosidad en caliente). Resulta un producto conforme al invento con una reactividad más pequeña y una selectividad más alta.

De acuerdo con la primera forma de realización del presente invento, como diisocianato y respectivamente poliisocianato se puede utilizar un diisocianato y respectivamente poliisocianato enmascarado o bloqueado, el cual disocia los grupos enmascaradores o bloqueadores en particular bajo la acción del calor y/o de la humedad. Diisocianatos y respectivamente poliisocianatos bloqueados o enmascarados de este tipo son conocidos para un experto en la especialidad a partir del estado de la técnica. Él escogerá correspondientemente isocianatos enmascarados o bloqueados, que son apropiados conforme al invento, según sea la aplicación.

De acuerdo con la primera forma de realización del presente invento, como diisocianato y respectivamente poliisocianato se puede emplear un denominado diisocianato y respectivamente poliisocianato encapsulado o desactivado superficialmente, es decir un diisocianato y respectivamente poliisocianato con una reactividad retardada. Diisocianatos y respectivamente poliisocianatos encapsulados o desactivados superficialmente son usuales para un experto en la especialidad a partir del estado de la técnica. Por ejemplo, se puede remitir al documento de solicitud de patente europea EP 0.204.970 A2 y respectivamente al correspondiente documento de solicitud de patente de los EE.UU. US-A-4.888.124, al documento de solicitud de patente internacional WO 99/58590 A1 o, también, al documento EP 0.922.720 A1, cuyo contenido de divulgación se incluye mediante referencia por la presente. La desactivación superficial se puede efectuar, por ejemplo, mediante dispersión de un isocianato sólido, en forma de polvo, en una solución del agente de desactivación, por introducción de una masa fundida de un isocianato que funde a bajas temperaturas, en una solución del agente de desactivación en un agente dispersante líquido, que no disuelve, o, también, mediante adición del agente de desactivación, o de una solución del agente de desactivación, a una dispersión de los isocianatos sólidos, finamente divididos, o viceversa. Como agente de desactivación se utilizan en particular compuestos con grupos hidrófilos, tales como en particular grupos amino o grupos hidroxilo, que pueden reaccionar con grupos isocianatos libres del isocianato y que, por consiguiente, forman una especie de envoltura superficial sobre los isocianatos, que desactiva primeramente a los isocianatos (p.ej. aminas, diaminas, poliaminas, alcoholes, dioles, polioles o los correspondientes tio-compuestos). En particular, dentro del marco del presente invento se escoge el agente desactivador, en lo referente al tipo y a la cantidad, de tal manera que la encapsulación o la desactivación superficial sea interrumpida preferiblemente a unas temperaturas situadas por encima de la temperatura ambiente, en particular a unas temperaturas comprendidas entre 60°C y 160°C.

La preparación del granulado de revestimiento y/o adhesivo en la etapa (b) del procedimiento conforme al invento de acuerdo con la primera forma de realización, se puede efectuar mediante granulación subacuática o con ayuda de una cinta transportadora de descarga.

En el caso de la realización de la granulación subacuática, la masa fundida se pone a disposición en una forma extrudible cerca del punto de reblandecimiento medido según el método de anillo y bola. La masa fundida se extrude luego a través de por lo menos una abertura de una placa moldeadora dentro de un líquido refrigerante. En el caso de este líquido se trata preferiblemente de agua. No obstante, dentro del marco del presente invento se puede utilizar también cualquier otro líquido, que sea apropiado para enfriar suficientemente a la masa extrudida. A su salida desde la placa moldeadora, la masa extrudida se puede desmenuzar, por ejemplo, por medio de cuchillas rotatorias. Más detalles acerca de la granulación subacuática se encuentran en los documentos EP 0.410.914 A1, EP 0.014.467 A1 y en el documento de publicación de solicitud de patente alemana DE-OS 20.34.038, cuyo contenido total de divulgación se incluye mediante referencia por la presente.

En el caso de la granulación con ayuda de la cinta transportadora de descarga, se debería proceder preferiblemente mediando exclusión de la humedad, para que no se llegue a ninguna hidrólisis de los componentes reactivos con la humedad.

Son objeto del presente invento también los granulados reactivos de un sólo componente que se pueden preparar de acuerdo con la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento, en particular granulados de revestimiento y/o adhesivos de un sólo componente. Estos son objeto de las reivindicaciones 44 a 47.

Los granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente, de acuerdo con la primera forma de realización, comprenden por lo menos un polímero de partida, reactivo con isocianatos y por lo menos un diisocianato y respectivamente poliisocianato. Facultativamente, el granulado conforme al invento puede contener adicionalmente por lo menos un catalizador y/o por lo menos una cera y/o por lo menos una resina y/o por lo menos un polímero, que preferiblemente no es reactivo con isocianatos. El granulado conforme al invento puede tener un exceso de diisocianato y/o poliisocianato. Éste es en particular de 0,5% a 30%, preferiblemente de 0,5% a 10%, de manera preferida de 0,5% a 5%, de manera especialmente preferida de 0,5% a 3%, y es generado preferiblemente por grupos isocianatos libres situados en los extremos. En lo que se refiere a las especificaciones y realizaciones del polímero de partida, reactivo con isocianatos, del diisocianato y respectivamente poliisocianato, del polímero no reactivo con isocianatos, de la resina, de la cera y del catalizador, se remite a las explicaciones anteriores acerca de la primera forma de realización del procedimiento conforme al invento.

Segunda forma de realización

Granulados reactivos de un sólo componente, en particular granulados de revestimiento y/o adhesivos de un sólo componente, sobre la base de poliolefinas

5

De acuerdo con una segunda forma de realización es objeto del presente invento un procedimiento para la preparación de un granulado reactivo de un sólo componente, en particular de un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente de acuerdo con la reivindicación 24. Otras realizaciones se describen en las reivindicaciones 25 a 43 y 47 a 50.

10

En el caso del procedimiento conforme al invento, de acuerdo con la segunda forma de realización, la formación de la masa fundida en la etapa (a) se puede efectuar preferiblemente mediando fusión simultánea de todos los componentes.

15

La fusión de los componentes individuales se puede efectuar a unas temperaturas de 50°C a 300°C, en particular de 100°C a 275°C, de manera preferida de 150°C a 250°C.

La preparación del granulado de revestimiento y/o adhesivo en la etapa (b) del procedimiento conforme al invento de acuerdo con la segunda forma de realización, se puede efectuar mediante granulación subacuática o con ayuda de una cinta transportadora de descarga. En lo que respecta a la realización de la granulación subacuática, se remite al procedimiento conforme al invento de acuerdo con la primera forma de realización. En el caso de la granulación con ayuda de la cinta transportadora de descarga se debería proceder preferiblemente mediando exclusión de la humedad, para que no se llegue a ninguna hidrólisis de la poliolefina con funcionalidad de silano.

La poliolefina con funcionalidad de silano, que se ha de utilizar en el procedimiento conforme al invento de acuerdo con la segunda forma de realización, puede ser una poli- α -olefina con funcionalidad de silano. Preferiblemente, se trata de una poli- α -olefina amorfa. A fin de asegurar una alta reactividad de la poliolefina con funcionalidad de silano, se puede tratar, además de esto, de una poliolefina terminada en silano. Estas poliolefinas con funcionalidad de silano se pueden obtener mediante injerto de una poliolefina. Preferiblemente, se trata de una poliolefina modificada con grupos trialcóxi-sililo, en particular con grupos trimetoxi-sililo. No obstante, dentro del marco del presente invento, de acuerdo con la segunda forma de realización, también se pueden utilizar poliolefinas con funcionalidad de silano, modificadas de otra manera distinta. Como ejemplo apropiado de una poliolefina con funcionalidad de silano, que se ha de utilizar conforme al invento, se puede citar la poli- α -olefina con funcionalidad de silano vendida por la entidad Degussa Hüls AG bajo la denominación VESTOPLAST®206. En este caso se trata de una poli- α -olefina sustituida y respectivamente injertada con grupos trimetoxi-sililo. El efecto de este compuesto se basa en que las funciones silanos del VESTOPLAST®206, después de la aplicación en forma de una masa fundida, forman enlaces químicos fuertes entre las cadenas del polímero de la capa de adhesivo y los grupos OH situados junto a la superficie del sustrato, sobre el que se aplica el adhesivo.

Esto conduce, después de la aplicación de la masa fundida, a un manifiesto aumento de la adhesión a los sustratos. Además de esto, por medio del carácter reactivo del VESTOPLAST® 206 se mejora también la adhesión a materiales sintéticos tales como poliésteres y poliamidas, así como a metales, cuyo pegamiento o revestimiento con una poli- α -olefina amorfa es normalmente difícil.

Son objeto del presente invento también los granulados reactivos de un sólo componente, que se pueden preparar según la segunda forma de realización del procedimiento conforme al invento, en particular granulados de revestimiento y/o adhesivos de un sólo componente. Éstos son objeto de las reivindicaciones 48 a 50.

Los granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente, de acuerdo con la segunda forma de realización, comprenden por lo menos una poliolefina con funcionalidad de silano, por lo menos una poliolefina con una funcionalidad que no es de silano y por lo menos un catalizador. Facultativamente, los granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente pueden contener por lo menos una cera y/o por lo menos una resina y/o por lo menos un material aditivo.

En lo que respecta a las especificaciones de la poliolefina con funcionalidad de silano, de la poliolefina con una funcionalidad que no es de silano, del catalizador, de la cera, de la resina y del material aditivo, se remite a las explicaciones anteriores acerca de la segunda forma de realización del procedimiento conforme al invento.

Los granulados conformes al invento de acuerdo con la primera y la segunda formas de realización, se presentan en particular en forma de gránulos comprimidos (conocidos por el nombre inglés de pellets), cuyo tamaño puede ser de 1 mm a 10 mm, preferiblemente de 2 mm a 8 mm.

El granulado conforme al invento de acuerdo con la primera y/o la segunda forma de realización se protege preferiblemente contra las influencias del aire del entorno, en particular contra la humedad del aire, o contra otras influencias. Preferiblemente, el granulado se envasa, almacena y/o manipula de manera hermética o protegida contra la humedad del aire. En particular, esto se realiza mediante apropiados envases usuales en el comercio o similares.

Es objeto del presente invento también la utilización de los granulados de revestimiento y/o adhesivos reactivos de un sólo componente conformes al invento de acuerdo con la primera y/o la segunda formas de realización para el pegamiento o revestimiento. Los granulados conformes al invento se pueden utilizar, por consiguiente, por ejemplo para el pegamiento de almohadillas de espuma, muebles tapizados y colchones. También, con los granulados conformes al invento se pueden llevar a cabo revestimientos continuos, tal como se utilizan para envolturas de perfiles. En este caso, la aplicación se efectúa en particular mediante aplicación por atomización, por inyección, o mediante aplicación con boquillas o con rodillos.

El presente invento muestra una serie de ventajas frente al estado de la técnica:

- El procedimiento conforme al invento de acuerdo con la primera y la segunda formas de realización proporciona un granulado de revestimiento y adhesivo de un sólo componente de una manera sencilla y fácil de realizar. Para la realización del procedimiento de preparación no se tienen que tomar mayores medidas relativas a los aparatos; más bien, la preparación se puede realizar en instalaciones exclusivamente habituales y ampliamente extendidas industrialmente.
- El granulado de revestimiento y adhesivo conforme al invento, de acuerdo tanto con la primera forma de realización como también con la segunda forma de realización, comprende un sistema de un sólo componente. Por lo tanto, ya no es necesaria una mezcladura de los componentes reactivos antes de la aplicación. Como consecuencia, ya no existe la posibilidad de un error de dosificación.
- Además de esto, se trata de un granulado de revestimiento y/o adhesivo altamente eficiente, estable en almacenamiento y fácil de utilizar.

Otras realizaciones, modificaciones, variaciones y ventajas del presente invento son reconocibles sin problemas para un experto en la especialidad al leer la memoria descriptiva, sin que él abandone en este caso el marco del presente invento.

El presente invento se ilustra con ayuda de los siguientes Ejemplos de realización, los cuales, sin embargo, no limitan el invento de ninguna manera.

Ejemplos de realización

Ejemplo 1

Granulado reactivo de un sólo componente conforme al invento sobre la base de polímeros terminados en isocianato (Ejemplo de realización de acuerdo con la primera forma de realización)

Una mezcla a base de

- 60% en peso de un poliéster con una relación molecular media de aprox. 20.000 g/mol y un índice de hidroxilo de 5,
- 20% en peso de un copolímero de etileno y acetato de vinilo con un contenido de VA (acetato de vinilo) de 18% y un índice de fusión de aprox. 150,
- 20% en peso de una resina de hidrocarburo aromático, de bajo peso molecular, con un intervalo de reblandecimiento de 75°C a 85°C y un índice de acidez menor que 1 mg/KOH

se funde y mezcla en una relación de mezcladura de 7:1 con el 1-isocianato-3-isocianatometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano (IPDI; contenido de isocianato: 17%; funcionalidad comprendida entre 3 y 4). Se deja que los componentes de la mezcla reaccionen entre sí íntimamente a 200°C.

La mezcla preparada de esta manera se elabora a continuación mediante una granulación subacuática, de acuerdo con métodos usuales, para dar granulados. Para esto, la masa fundida en una forma extrudible, cerca del punto de reblandecimiento medido según el método de anillo y bola, se extrude dentro de agua a través de una abertura de una placa moldeadora. A su salida desde la placa moldeadora, la masa extrudida es desmenuzada por medio de una cuchilla rotatoria. El producto obtenido se retira desde el agua y a continuación se seca mediante p.ej. espolvoreo o evacuación de la humedad residual. Se obtiene un granulado adhesivo de un sólo componente, con el que es posible, por ejemplo, producir perfiles que se componen en el núcleo de un MDF (tablero de fibras de densidad media) o de un tablero de virutas, sobre conocidas envolturas de perfiles con enchapados de madera, o láminas decorativas de papel o de materiales sintéticos.

ES 2 271 552 T3

Ejemplo 2

Granulado reactivo de un sólo componente conforme al invento sobre la base de polímeros con funcionalidad de silano (Ejemplo de realización de acuerdo con la segunda forma de realización)

Una mezcla a base de

- 31,2% en peso de una poliolefina de la marca Vestoplast® 708 de la entidad Degussa Hüls AG,
- 62,4% en peso de una resina de hidrocarburo de la marca Escorez® 5320 de la entidad Exxon Deutschland GmbH,
- 6,2% en peso de una cera de la marca Paraffint y
- 0,2% en peso de dilaurato de dibutilestano (DBTL) de la entidad Huntsmann Corp.,

se funde en una relación de mezcladura de 1:1,9 en común con una mezcla a base de

- 95% en peso de una poliolefina silanizada de la marca Vestoplast® 206 de la entidad Degussa Hüls AG y
- 5% en peso de una cera de PE (Polywachs 1000).

La mezcla se homogeneiza íntimamente entre sí a 200°C.

La mezcla preparada de esta manera se elabora a continuación análogamente al Ejemplo 1 para dar granulados. Se obtiene un adhesivo de un sólo componente con funcionalidad de silano en forma de granulados, con el que es posible, por ejemplo, producir perfiles que se componen en el núcleo de un MDF o de un tablero de virutas, sobre conocidas envolturas de perfiles con enchapados de madera, o láminas decorativas de papel o de materiales sintéticos.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de un granulado reactivo de un sólo componente, en particular un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, **caracterizado** por las siguientes etapas del procedimiento:

(a) preparación de una mezcla, que contiene

(i) de 2 a 30% en peso de por lo menos un di- y/o poliisocianato,

(ii) de 30 a 70% en peso de por lo menos un polímero de partida, reactivo con isocianatos,

(iii) de 5 a 30% en peso de una cera, una resina y/o un polímero, no reactiva/o con isocianatos, que se escogen entre el conjunto que consiste en polímeros y copolímeros de etileno y acetato de vinilo, poliolefinas, (met-)acrilatos y estireno-(met-)acrilatos, así como mezclas de estos compuestos;

(iv) eventualmente por lo menos un catalizador,

mediando fusión de los componentes de la mezcla y/o calentamiento hasta un estado viscoso o capaz de fluir,

efectuándose la preparación de la mezcla de tal manera, que se presente un exceso del di- y/o poliisocianato en la mezcla obtenida, con la condición de que el contenido de grupos NCO libres en la mezcla obtenida ha de ser de 0,5 a 30% en peso;

(b) preparación de un granulado partiendo de la mezcla resultante de (a), en particular de una masa fundida.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque en el caso de la preparación de la mezcla en la etapa (a) se funde primeramente el polímero de partida, reactivo con isocianatos, y en esta masa fundida se introduce el di- y/o poliisocianato.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque la preparación de la mezcla se efectúa en la etapa (a) en presencia de por lo menos un aditivo.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque después de la etapa (b) se efectúa un espolvoreo o un revestimiento del granulado preparado en la etapa (b), con métodos usuales.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque la preparación de la mezcla en la etapa (a) se lleva a cabo mediando exclusión de la humedad.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos se seca antes de, y/o durante, la preparación de la mezcla en la etapa (a) mediante evacuación.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque la preparación, llevada a cabo en la etapa (a), de la mezcla a base de un diisocianato y/o poliisocianato y de un polímero de partida, reactivo con isocianatos, se efectúa de tal manera que se presente un exceso del di- y/o poliisocianato en la mezcla obtenida dentro de (a), con la condición de que el contenido de grupos NCO libres, preferiblemente situados en los extremos, en la mezcla obtenida en la etapa (a), ha de ser de 0,5% en peso a 10% en peso, de manera preferida de 0,5% en peso a 5% en peso, y de manera especialmente preferida de 0,5% en peso a 3% en peso.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción del di- y/o poliisocianato es de 5% en peso a 20% en peso, preferiblemente de 8% en peso a 15% en peso, y/o porque para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción del polímero de partida, reactivo con isocianatos, es de 40% en peso a 60% en peso, preferiblemente de 45% en peso a 55% en peso, y/o porque para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción de la cera, de la resina y/o del polímero, no reactiva/o con isocianatos, es de 10% en peso a 25% en peso, preferiblemente de 15% en peso a 20% en peso.

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque la masa molecular media del polímero de partida, reactivo con isocianatos, es de más que 8.000 g/mol, en particular de 10.000 a 50.000 g/mol, preferiblemente de 10.000 a 30.000 g/mol.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos, tiene por lo menos dos grupos reactivos frente a isocianatos por cada molécula, en particular grupos hidroxilo, amino, carboxilo, de anhídrido de ácido carboxílico, mercapto y/o grupos sililo eventualmente sustituidos, y/o porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos, tiene por lo menos dos átomos de hidrógeno reactivos frente a isocianatos y/o poliisocianatos por cada molécula.

ES 2 271 552 T3

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos, se escoge entre el conjunto que consiste en poliésteres, policaprolactona-poliésteres, poliéteres, poliuretanos, poliamidas, politetrahidrofuranos, poliácridatos y polimetacrilatos, reactivos/as con isocianatos, en cada caso en particular con átomos de hidrógeno reactivos con isocianatos, preferiblemente grupos hidroxilo.

12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos, tiene un índice de hidroxilo de por lo menos 15 mg de KOH/g, en particular de por lo menos 20 mg de KOH/g, de manera preferida de por lo menos 25 mg de KOH/g, y de manera especialmente preferida de por lo menos 30 mg de KOH/g.

13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque el polímero de partida, reactivo con isocianatos, se deriva de copolímeros reactivos con isocianatos.

14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque el di- y/o poliisocianato es un di- y/o poliisocianato alifático y/o aromático, en particular con grupos NCO libres, preferiblemente situados en los extremos.

15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado** porque el di- y/o poliisocianato se escoge entre el conjunto que consiste en diisocianato-difenilmetanos (MDI's), en particular 4,4'-diisocianato-difenilmetano y 2,4'-diisocianato-difenilmetano, así como mezclas de diferentes diisocianato-difenilmetanos; 1,5-diisocianato-naftaleno (NDI); diisocianato-toluenos (TDI's), en particular 2,4-diisocianato-tolueno, así como TDI-uretdionas, en particular 1-metil-2,4-fenilen-diisocianato dímero (TDI-U), y TDI-ureas; 1-isocianato-3-isocianatometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano (IPDI) y sus isómeros y derivados, en particular di-, tri- y polímeros; así como IPDI-isocianurato (IPDI-T); 3,3'-dimetil-bifenil-4,4'-diisocianato (TODI); 3,3'-diisocianato-4,4'-dimetil-N,N'-difenil-urea (TDIH); así como mezclas y prepolímeros de los compuestos precedentemente citados.

16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado** porque el di- y/o poliisocianato está sustituido asimétricamente y tiene en particular dos grupos NCO con una reactividad diferente.

17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 16, **caracterizado** porque el diisocianato es una mezcla de 4,4'-diisocianato-difenilmetano y 2,4'-diisocianato-difenilmetano, preferiblemente con un contenido de 2,4'-diisocianato-difenilmetano de más que 20% en peso, en particular de más que 30% en peso, de manera preferida de más que 40% en peso, y de manera muy especialmente preferida de más que 50% en peso, referido a la mezcla de isocianatos.

18. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 17, **caracterizado** porque el diisocianato es 2,4'-diisocianato-difenilmetano.

19. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18, **caracterizado** porque el di- y/o poliisocianato es un di- y/o poliisocianato enmascarado o bloqueado, que disocia a los grupos bloqueadores o enmascaradores en particular mediando acción del calor y/o de la humedad.

20. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 18, **caracterizado** porque el di- y/o poliisocianato es un di- y/o poliisocianato encapsulado o desactivado superficialmente, siendo interrumpida en particular la encapsulación o desactivación superficial preferiblemente a unas temperaturas situadas por encima de la temperatura ambiente.

21. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 20, **caracterizado** porque el catalizador y/o la cera, la resina y/o el polímero, no reactiva/o con isocianatos, están distribuidos/as preferiblemente de manera homogénea a través de la fase del polímero de partida, que es reactiva con isocianatos.

22. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 21, **caracterizado** porque el catalizador es en particular un catalizador habitual y conocido en la química de los poliuretanos y se escoge preferiblemente entre el conjunto que consiste en compuestos orgánicos de estaño, tales como dilaurato de dibutil-estaño (DBTL), compuestos alquil-mercapturos de dibutil-estaño, compuestos orgánicos de hierro, plomo, cobalto, bismuto, antimonio o zinc, catalizadores sobre la base de aminas, tales como aminas terciarias, 1,4-diaza-biciclo[2.2.2]octano, dimorfolino-dietiléteres y mezclas de los compuestos precedentemente citados.

23. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 22, **caracterizado** porque el polímero no reactivo con isocianatos se escoge entre el conjunto que consiste en (i) polímeros o copolímeros de etileno y acetato de vinilo, con unos contenidos de acetato de vinilo situados entre 12 y 40% en peso, en particular de 18 a 28% en peso, y/o con unos índices de fusión (MFI's, determinados según la norma DIN 53735) de 8 a 800, en particular de 150 a 500; (ii) poliolefinas con unos pesos moleculares medios de 5.000 a 25.000 g/mol, preferiblemente de 10.000 a 20.000 g/mol, y/o con unos intervalos de reblandecimiento, determinados según el método de anillo y bola, comprendidos entre 80 y 170°C, preferiblemente entre 80 y 130°C; y (iii) (met-)acrilatos tales como estireno(met-)acrilatos; así como mezclas de estos compuestos.

ES 2 271 552 T3

24. Procedimiento para la preparación de un granulado reactivo de un sólo componente, en particular un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, **caracterizado** por las siguientes etapas del procedimiento:

(a) preparación de la mezcla, que contiene por lo menos una poliolefina con funcionalidad de silano, por lo menos una poliolefina con una funcionalidad que no es de silano y por lo menos un catalizador, de manera preferida mediando fusión de los componentes de la mezcla y/o calentamiento hasta llegar a un estado viscoso o capaz de fluir;

(b) preparación de un granulado partiendo de la mezcla resultante de (a), en particular de una masa fundida.

25. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 24, **caracterizado** porque la preparación de la mezcla en la etapa (b) se efectúa mediante fusión simultánea de todos los componentes.

26. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 24 ó 25, **caracterizado** porque la preparación de la mezcla en la etapa (a) se lleva a cabo mediando exclusión de la humedad y/o en presencia de por lo menos una cera y/o de por lo menos una resina y/o de por lo menos un material aditivo.

27. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 26, **caracterizado** porque después de la etapa (b) se efectúa un espolvoreo o revestimiento del granulado preparado en la etapa (b) con métodos usuales.

28. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 27, **caracterizado** porque, para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción de la poliolefina con funcionalidad de silano es de 40% en peso a 80% en peso, en particular de 50% en peso a 70% en peso, de manera preferida de 60% en peso a 70% en peso, y/o porque, para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción de la poliolefina con una funcionalidad que no es de silano, es de 5% en peso a 20% en peso, en particular de 8% en peso a 17% en peso, de manera preferida de 10% en peso a 15% en peso, y/o porque, para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción de la resina es de 5% en peso a 30% en peso, en particular de 10% en peso a 25% en peso, de manera preferida de 15% en peso a 20% en peso, y/o porque, para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción de la cera es de 0,5% en peso a 3% en peso, en particular de 1% en peso a 2,5% en peso, de manera preferida de 1,5% en peso a 2,0% en peso, y/o porque, para la preparación de la mezcla en la etapa (a), la proporción del catalizador es de 0,02% en peso a 0,3% en peso, en particular de 0,04% en peso a 0,2% en peso, de manera preferida de 0,5% en peso a 1,0% en peso.

29. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 28, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano es una poli- α -olefina con funcionalidad de silano, en particular amorfa.

30. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 29, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano es una poliolefina terminada en silano.

31. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 30, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano es obtenible mediante injerto de una poliolefina con funciones de silano.

32. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 31, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano es una poliolefina modificada con grupos trialcóxi-sililo, en particular grupos trimetoxi-sililo o trietoxi-sililo.

33. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 32, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano tiene un peso molecular medio de 10.000 g/mol a 60.000 g/mol, en particular de 20.000 g/mol a 50.000 g/mol, de manera preferida de 30.000 g/mol a 40.000 g/mol, y/o porque la poliolefina con funcionalidad de silano tiene una viscosidad en estado fundido de 1.000 mPas a 15.000 mPas, en particular de 2.000 mPas a 10.000 mPas, de manera preferida de 3.000 mPas a 7.000 mPas, y/o porque la poliolefina con funcionalidad de silano tiene una temperatura de transición vítrea después de su preparación de -20°C a -40°C, en particular de -23°C a -35°C, de manera preferida de -25°C a -30°C, y/o porque la poliolefina con funcionalidad de silano tiene una densidad a 23°C de 0,65 g/cm³ a 1,30 g/cm³, en particular de 0,70 g/cm³ a 1,20 g/cm³, de manera preferida de 0,75 g/cm³ a 1,10 g/cm³, de manera especialmente preferida de 0,80 g/cm³ a 1,00 g/cm³.

34. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 33, **caracterizado** porque la poliolefina con funcionalidad de silano es una poli- α -olefina en particular amorfa.

35. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 26 a 34, **caracterizado** porque el catalizador y/o la cera y/o la resina están distribuidos/as homogéneamente a través de la(s) fase(s) de poliolefina(s).

36. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 24 a 35, **caracterizado** porque el catalizador es un catalizador habitual y conocido en la química de las poliolefinas, que se escoge en particular entre el conjunto que consiste en compuestos organometálicos de los metales de transición, preferiblemente en compuestos orgánicos de los metales zinc, hierro, plomo, cobalto, bismuto, antimonio y estaño, tales como dilaurato de dibutil-estaño.

ES 2 271 552 T3

37. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 26 a 36, **caracterizado** porque la resina se escoge preferiblemente entre el conjunto que consiste en las resinas de hidrocarburos alifáticos, cíclicos o cicloalifáticos, las resinas de terpenos y fenoles, las resinas de cumarona e indeno, las resinas de α -metil-estireno, los ésteres polimerizados de resinas de tall y/o las resinas de cetonas y aldehídos.

38. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 26 a 37, **caracterizado** porque la cera es en particular una cera poliolefínica, preferiblemente una cera polietilénica y polipropilénica, o una cera modificada sobre esta base.

39. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 3 a 23 y 26 a 38, **caracterizado** porque los materiales aditivos para materiales de revestimiento y/o adhesivos reactivos son materiales aditivos en sí conocidos, tales como en particular plastificantes sobre la base de ésteres de ácido ftálico y/o de ácido fosfórico, acetato de glicol, aceites orgánicos de elevado punto de ebullición, ésteres u otros aditivos que sirven para la plastificación, estabilizadores, agentes antioxidantes, captadores de ácidos y/o agentes protectores contra el envejecimiento.

40. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 39, **caracterizado** porque en la etapa b) se efectúa la preparación del granulado mediante una granulación subacuática y/o con ayuda de una cinta transportadora de descarga, en particular enfriada, preferiblemente en movimiento.

41. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 40, **caracterizado** porque en el caso de la granulación subacuática llevada a cabo en la etapa (b), la masa fundida se pone a disposición en una forma extrudible cerca de punto de reblandecimiento medido según el método de anillo y bola, y la masa fundida se extrude a través de por lo menos una abertura de una placa moldeadora dentro de un líquido refrigerante, en particular dentro de agua, siendo desmenuzada la masa fundida al salir de la placa moldeadora, en particular por medio de cuchillas rotatorias.

42. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 40, **caracterizado** porque la preparación del granulado se efectúa por medio de una cinta transportadora de descarga, mediando exclusión de la humedad.

43. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, obtenible según el procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 23 y 39 a 42.

44. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, que contiene

(i) de 2 a 30% en peso de por lo menos un di- y/o poliisocianato,

(ii) de 30 a 70% en peso de por lo menos un polímero de partida, reactivo con isocianatos,

(iii) de 5 a 30% en peso de una cera, una resina y/o un polímero, no reactiva/o con isocianatos, escogidas/os entre el conjunto que consiste en polímeros y copolímeros de etileno y acetato de vinilo, poliolefinas, (met-)acrilatos y estireno(met-)acrilatos, así como mezclas de estos compuestos;

(iv) eventualmente por lo menos un catalizador,

teniendo el granulado un exceso del di- y/o poliisocianato con la condición de que el contenido de grupos NCO libres ha de ser de 0,5% en peso a 30% en peso, referido al granulado.

45. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, de acuerdo con la reivindicación 44, **caracterizado** porque el contenido de grupos NCO libres, preferiblemente situados en los extremos, es de 0,5% en peso a 10% en peso, de manera preferida de 0,5% en peso a 5% en peso, de manera especialmente preferida de 0,5% en peso a 3% en peso, referido al granulado.

46. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, de acuerdo con la reivindicación 44 ó 45, **caracterizado** por las características de la parte **caracterizante** de una o varias de las reivindicaciones 7 a 23 y 39.

47. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, obtenible según el procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 24 a 42.

48. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, que contiene por lo menos una poliolefina con funcionalidad de silano, por lo menos una poliolefina con una funcionalidad que no es de silano, y por lo menos un catalizador, y eventualmente por lo menos una cera y/o una resina, y eventualmente por lo menos un material aditivo.

49. Granulado reactivo de un sólo componente, en particular granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, de acuerdo con la reivindicación 48, **caracterizado** por las características de la parte **caracterizante** de una o varias de las reivindicaciones 28 a 39.

ES 2 271 552 T3

50. Utilización de un granulado reactivo de un sólo componente, en particular de un granulado de revestimiento y/o adhesivo de un sólo componente, de acuerdo con las reivindicaciones 43 a 49 para el pegamiento en particular de almohadillas de espuma, muebles tapizados y colchones, o para finalidades de revestimientos continuos tales como envolturas de perfiles, efectuándose la aplicación en particular por atomización, por inyección, con boquillas o con rodillos.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65