



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 351 849**

51 Int. Cl.:  
**A47G 27/04** (2006.01)  
**C09J 183/06** (2006.01)  
**C08J 7/04** (2006.01)  
**C08L 83/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06792682 .4**  
96 Fecha de presentación : **03.08.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1919332**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **14.05.2008**

54 Título: **Adhesivo para recubrimientos de piso no cerámicos.**

30 Prioridad: **19.08.2005 US 206912**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**11.02.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**11.02.2011**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Centner, Alexander;**  
**Burghart, Armin y**  
**Urban, Dieter**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 351 849 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).

**ADHESIVO PARA RECUBRIMIENTOS DE PISO NO CERÁMICOS****DESCRIPCIÓN**

5 La invención se relaciona con un proceso para la unión de recubrimientos para pisos no cerámicos a un sustrato, en donde se utiliza un adhesivo acuoso, que comprende un polímero sintético como un aglutinante y en donde el adhesivo comprende grupos silano hidrolizables. En particular la invención se relaciona con un proceso para la unión de recubrimientos para piso flexibles, tal como alfombras, o para la unión de pisos de madera al piso (sustrato).

10 El uso de polímeros que comprenden grupos silano como adhesivos para sustratos cerámicos, es decir, en particular para baldosas, se describe en la EP-A-35332, EP-A-366969 y DE-A-197 36 409.

Se conocen polímeros que comprenden grupos silano y están destinados para otros usos, adicionalmente, de la US 6,541,566, US 6,620,881, US 6,258,460, US 6,528,590 y US 5,240,992, y también de la EP-A-1,153,979, DE-A-195 26 759 y WO 99/37716, por ejemplo.

15 En el caso de los recubrimientos para piso cerámicos la interacción de los grupos silano en el polímero con los silicatos de los sustratos cerámicos, especialmente baldosas, en particular, conduce a propiedades ventajosas. En el caso de sustratos no cerámicos tal como alfombras y pisos de madera no existe tal interacción.

20 En relación con la unión de pisos de madera o alfombras al sustrato, se desean altas resistencias. Otro factor de importancia es una alta estabilidad al calor: aún a temperaturas relativamente altas, originado por ejemplo por exposición intensa al sol, la unión es para retener su resistencia.

25 En el caso de recubrimientos para piso flexibles, un deseo adicional es el bien llamado desarrollo de resistencia en verde y tiempo abierto. El buen desarrollo de resistencia en verde significa que después que la alfombra se ha establecido en el sustrato, que ha sido recubierta con el adhesivo, se desarrolla una unión firme temprana.

El buen tiempo abierto significa que se puede obtener una unión firme entre el piso y la alfombra aún después de un periodo largo de ventilación antes de que la alfombra se coloque en el piso.

30 Se desea por lo tanto adhesivos para recubrimientos para pisos no cerámicos que cumplan los requerimientos anteriores al máximo.

De acuerdo con este deseo se encuentra el proceso definido anteriormente.

El proceso involucra el uso de un adhesivo acuoso que comprende un polímero sintético como un aglutinante y grupos silano hidrolizables.

35 Para el polímero sintético.

El polímero en particular está en la forma de una dispersión acuosa. El polímero, o la dispersión acuosa del polímero, preferiblemente se pueden obtener mediante la polimerización de adición de radical libre de compuestos etilénicamente insaturados (monómeros).

40 El polímero se compone preferiblemente de por lo menos 40%, más preferiblemente de por lo menos 60% y muy preferiblemente de por lo menos 80% en peso de aquellos conocidos como monómeros principales.

Los monómeros principales se seleccionan de alquil (met) acrilatos C1 a C20, ésteres vinilo de ácidos carboxílicos que comprenden hasta 20 átomos de carbono, aromáticos vinilo que tienen hasta 20 átomos de carbono, nitrilos etilénicamente insaturados, haluros vinilo, éteres vinilo de

alcoholes que comprenden 1 a 10 átomos de carbono, hidrocarburos alifáticos que tienen 2 a 8 átomos de carbono y uno o dos enlaces dobles, o mezclas de estos monómeros.

Ejemplos de alquil (met) acrilatos incluyen ésteres alquilo de ácido (met) acrílico que tienen un radical alquilo C1-C10, tal como metil metacrilato, metil acrilato, n-butil acrilato, etil acrilato y 2-etilhexil acrilato.

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

Los ésteres vinilo de ácidos carboxílicos que tienen 1 a 20 átomos de carbono son, por ejemplo, vinil laurato, vinil stearato, vinil propionato, ésteres vinilo de ácido versático y vinil acetato. Los compuestos aromáticos vinilos adecuados incluyen viniltolueno,  $\alpha$ - y  $\beta$ -metilestireno,  $\alpha$ -butilestireno, 4-n-butilestireno, 4-n-decilestireno y, preferiblemente, estireno. Ejemplos de nitrilos son acrilonitrilo y metacrilonitrilo.

Los haluros vinilo son compuestos etilénicamente insaturados sustituidos por cloro, flúor o bromo, preferiblemente cloruro vinilo y cloruro vinilideno.

Ejemplos de éteres vinilo incluyen vinil metil éter o vinil isobutil éter. Los éteres vinilo preferidos son aquellos de alcoholes que comprenden 1 a 4 átomos de carbono.

Como hidrocarburos que tienen 2 a 8 átomos de carbono y uno o dos enlaces dobles olefínicos se puede hacer mención de etileno, propileno, butadieno, isopreno y cloropreno.

Los monómeros principales preferidos son los alquil acrilatos C1 a C20 y metacrilatos, especialmente alquil acrilatos C1 a C10 y metacrilatos, y aromáticos vinilo, especialmente estireno, y mezclas de los alquil (met) acrilatos con estireno.

Se da muy particular preferencia a metil acrilato, metil metacrilato, etil acrilato, n-butil acrilato, n-hexil acrilato, octil acrilato y 2-etilhexil acrilato, estireno, y mezclas de estos monómeros.

Con particular preferencia el polímero se compone de por lo menos 40%, en particular por lo menos 60% y muy preferiblemente por lo menos 80% en peso de C1-C20, especialmente alquil (met) acrilatos C1-C10.

A pesar que los monómeros principales el polímero pueden comprender adicionalmente monómeros, son ejemplos los monómeros que contienen grupos de ácido carboxílico, ácido sulfónico o ácido fosfónico. Se prefieren grupos de ácido carboxílico. Los ejemplos que se pueden mencionar incluyen ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido maleico o ácido fumárico.

Los monómeros adicionales son, por ejemplo, también monómeros que comprenden hidroxilo, especialmente hidroxialquil (met) acrilatos C1-C10 y también (met) acrilamida.

Los monómeros adicionales que se pueden mencionar incluyen, más aún, feniloxietilglicol mono (met) acrilato, glicidil acrilato, glicidil metacrilato, y amino (met) acrilatos tal como 2-aminoetil (met) acrilato.

Como monómeros adicionales también se puede hacer mención de monómeros reticulados.

Los polímeros se preparan en una realización preferida mediante la polimerización de la emulsión, y el producto es por lo tanto un polímero de emulsión.

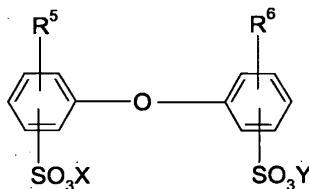
Alternativamente la preparación puede tener lugar por medio de la polimerización de la solución seguido por dispersión en agua.

En el caso de la polimerización de la emulsión, los emulsificantes iónicos y/o no iónicos y/o coloides protectores, y/o estabilizantes, se utilizan como compuestos de superficie activa.

Una descripción detallada de coloides protectores adecuados se encuentra en Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, Volume XIV/1, Makromolekulare Stoffe [macromolecular compounds], Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart, 1961, pp. 411 a 420. Los emulsificantes adecuados

incluyen emulsificantes aniónicos, catiónicos y no iónicos. Como sustancias de superficie activa acompañantes se prefiere el uso de exclusivamente emulsificantes, cuyos pesos moleculares, aquellos no similares a los coloides protectores, están usualmente por debajo de 2000 g/mol. Cuando se utilizan mezclas de sustancias de superficie activa es por supuesto necesario para los componentes individuales ser compatibles uno con el otro, algunas veces en cuyo caso la duda se puede averiguar por medio de unas pocas pruebas preliminares. Se prefiere el uso de emulsificantes aniónicos y no iónicos como sustancias de superficie activa. Los emulsificantes acompañantes acostumbrados son, por ejemplo, alcoholes grasos etoxilados (unidades EO: 3 a 50, radical alquilo: C8- a C36), mono-, di- y tri-alquilfenoles etoxilados (unidades EO: 3 a 50, radical alquilo: C4- a C9), sales de metal álcali de ésteres dialquilo de ácido sulfosuccínico y también metal álcali y sales de amonio de sulfatos alquilo (radical alquilo: C8- a C12), de alcanoles etoxilados (unidades EO: 4 a 30, radical alquilo: C12- a C18), de alquilfenoles etoxilados (unidades EO: 3 a 50, radical alquilo: C4- a C9), de ácidos alquilsulfónicos (radical alquilo: C12- a C18) y de ácidos alquilarilsulfónicos (radical alquilo: C9- a C18).

Los emulsificantes adecuados adicionales son compuestos de la Fórmula general



en la que  $R^5$  y  $R^6$  son hidrógeno o alquilo C4 a C14 y no son simultáneamente hidrógeno, y X y Y pueden ser iones de metal álcali y/o iones de amonio.  $R^5$  y  $R^6$  son preferiblemente alquilos radicales lineales o ramificados que tienen 6 a 18 átomos de carbono o hidrógeno, y en particular que tienen 6, 12 y 16 átomos de carbono, pero  $R^5$  y  $R^6$  no son ambos simultáneamente hidrógeno. X y Y son preferiblemente iones de sodio, potasio o amonio, con sodio que se prefiere particularmente. Los compuestos II particularmente ventajosos son aquellos en los cuales X y Y son sodio,  $R^5$  es un radical alquilo ramificado que tiene 12 átomos de carbono y  $R^6$  es hidrógeno o  $R^5$ . Frecuentemente se hace uso de mezclas técnicas que contienen una fracción de 50% a 90% en peso del producto monoalquilado, un ejemplo es Dowfax® 2A1 (nombre comercial de the Dow Chemical Company).

Los emulsificantes adecuados también se encuentran en Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, Volumen 14/1, Makromolekulare Stoffe, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1961, páginas 192 a 208.

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

La sustancia de superficie activa se utiliza usualmente en cantidades de 0.1% a 10% en peso, con base en los monómeros a ser polimerizados.

Los iniciadores solubles en agua para la polimerización de la emulsión son, por ejemplo, sales de amonio y sales de metal álcali de ácido peroxodisulfúrico, por ejemplo, peroxodisulfato de sodio, peróxido de hidrógeno o peróxidos orgánicos, por ejemplo, terc-butyl hidroperóxido.

También son adecuados aquellos que se conocen como sistemas de reducción-oxidación (redox).

Los sistemas iniciadores redox se componen de por lo menos un agente de reducción, usualmente un agente de reducción inorgánico, y un agente oxidante orgánico o inorgánico.

El componente oxidante comprende, por ejemplo, los iniciadores de polimerización de emulsión ya mencionados anteriormente.

5 Los componentes de reducción comprenden, por ejemplo, sales de metal alcali de ácido sulfuroso, tal como sulfito de sodio, hidrogen sulfito de sodio, sales de metal alcali de ácido disulfuroso tal como disulfito de sodio, compuestos de adición bisulfito con aldehídos alifáticos y cetonas, tal como bisulfito acetona, o agentes de reducción tal como ácido hidroximetanosulfínico y sus sales, o ácido ascórbico. Se pueden utilizar sistemas de iniciador redox junto con compuestos de metal solubles cuyo componente metálico es capaz de existir en una pluralidad de estados de valencia. Los sistemas de iniciador redox acostumbrados son, por ejemplo, ácido ascórbico/hierro (II) sulfato/peroxidisulfato de sodio, terc-butil hidroperóxido/bisulfito de sodio, terc-butil hidroperóxido/hidroximetanosulfinato Na. Los componentes individuales, por ejemplo, el componente de reducción, también pueden ser mezclas: por ejemplo, una mezcla de sal de sodio de ácido 15 hidroximetanosulfínico y disulfito de sodio.

Los compuestos indicados se utilizan en su mayoría en la forma de soluciones acuosas, se determina la concentración inferior por la cantidad de agua que es aceptable en la dispersión y la concentración superior se determina mediante la solubilidad del compuesto respectivo en el agua. En general la concentración es 0.1 % a 30%, preferiblemente 0.5% a 20%, más preferiblemente 1.0% a 20 10% en peso, con base en la solución.

La cantidad de los iniciadores es generalmente 0.1 % a 10%, preferiblemente 0.5% a 5%, en peso con base en los monómeros a ser polimerizados. También es posible utilizar dos o más diferentes iniciadores en la emulsión.

En el curso de la polimerización es posible utilizar reguladores, en cantidades por ejemplo de 25 0 a 0.8 partes en peso por 100 partes en peso de los monómeros a ser polimerizados, y estos reguladores reducen la masa molar. Los ejemplos adecuados incluyen compuestos que tienen un grupo tiol, tal como terc-butil mercaptano, etil ésteres acrílicos de ácido tioglicólico, mercaptoetanol, mercaptopropiltrimetoxisilano o terc-dodecil mercaptan.

La polimerización de la emulsión tiene lugar en general a 30 a 130°C, preferiblemente 50 a 30 90°C. El medio de polimerización se puede componer solo de agua o de mezclas de agua con líquidos miscibles en agua tal como metanol. Se prefiere utiliza justo agua. La polimerización de la emulsión se puede llevar a cabo como una operación en tanda o en la forma de un proceso de carga, que incluye procedimientos de gradiente o etapa. Se da preferencia al proceso de carga, en donde una porción de la tanda de polimerización se introduce como una carga inicial, se calienta a la temperatura de 35 polimerización y se polimeriza parcialmente, y luego el resto de la tanda de polimerización, usualmente por vía de dos o más cargas espacialmente separadas, de las cuales una o más comprenden los monómeros en forma pura o en forma emulsificada, se suministra a la zona de polimerización continuamente, en etapas o se somete a un gradiente de concentración, y durante esta adición se mantiene la polimerización. En relación con la polimerización también es posible, con la ayuda, por 40 ejemplo, de mejorar la configuración de tamaño de partícula, para incluir una semilla de polímero en la carga inicial.

La forma en la que se agrega el iniciador al recipiente de polimerización en el curso de la polimerización de emulsión acuosa de radical libre se conoce por el trabajador experto. Se puede incluir en su totalidad en la carga inicial al recipiente de polimerización o se puede insertar 45 continuamente o en etapas en el índice en el que este se consume en el curso de la polimerización de

emulsión acuosa de radical libre. Específicamente esto dependerá de la naturaleza química del sistema iniciador y en la temperatura de polimerización. Preferiblemente, se incluye una porción en la carga inicial y el resto se suministra a la zona de polimerización en la velocidad en la que esta se consume.

5 Para el propósito de remover los monómeros residuales es usual agregar el iniciador aún después del final de la polimerización de emulsión actual, es decir, después de la conversión del monómero de por lo menos 95%. Los componentes individuales se pueden agregar al reactor, en el caso del proceso de carga, anterior, a través del lado o por debajo, a través del piso del reactor.

10 En el caso de la polimerización de la emulsión, las dispersiones acuosas del polímero se obtienen que generalmente tienen contenidos de sólidos de 15% a 75%, preferiblemente de 40% a 75%, en peso.

Para los propósitos de la presente invención un contenidos de sólidos preferido es de 50% a 75%, en particular de 55% a 75%, en peso.

15 Para un alto espacio de reactor/tiempo de producción, se da preferencia a dispersiones que tienen un contenido de sólidos que es muy alto. Con el fin de ser capaz de alcanzar los contenidos de sólidos > 60% en peso, se debe establecer un tamaño de partícula bimodal o polimodal, ya que de otra forma la viscosidad llega a ser tan alta y la dispersión no puede ser mayor a la manipulada. Se puede llevar a cabo la producción de una nueva generación de partículas, por ejemplo, al agregar semillas (EP 81083), al agregar exceso de cantidades del emulsificante, o al agregar miniemulsiones. Una ventaja adicional asociada con la combinación de contenido de sólidos de baja y alta viscosidad es el  
20 comportamiento de recubrimiento mejorado en los altos contenidos de sólidos. Una o más nuevas generaciones de partículas se pueden producir en cualquier punto de tiempo. Su producción se rige por la distribución del tamaño de partícula que tiene por objeto una baja viscosidad.

El polímero así preparado se utiliza preferiblemente en la forma de su dispersión acuosa.

25 La viscosidad del polímero de dispersión es preferiblemente 50 a 1000, en particular 50 a 500 mPas.

La temperatura de transición de cristal del polímero, o del polímero de emulsión, es preferiblemente -60 a 0°C, más preferiblemente -60 a -10°C y muy preferiblemente -60 a -20°C.

30 La temperatura de transición de cristal se puede determinar mediante métodos acostumbrados tal como termoanálisis diferencial o calorimetría de exploración diferencial (ver, por ejemplo, ASTM 3418/82, temperatura de punto medio).

35 El valor de pH del polímero de dispersión es preferiblemente de 5 a 8, más preferiblemente de 5 a 7. En este rango de pH la reacción de hidrolización se retarda, el retardo se observa especialmente con grupos alcoxi con más de átomos 2C, específicamente con grupos isopropoxi. La hidrolización ocurre o se puede acelerar con un valor de pH por debajo o por encima de este rango o al incrementar la temperatura.

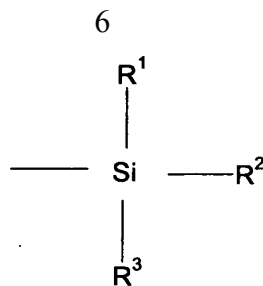
Para el silano hidrolizable

Un grupo silano hidrolizable es un grupo molecular que reacciona con agua (hidrólisis) para formar un grupo OH adherido directamente al átomo de silicona.

40 En particular el grupo silano hidrolizable tiene por lo menos un grupo alcoxi adherido a un átomo de silicona.

El grupo silano hidrolizable se puede unir al polímero sintético anterior en sí mismo; alternativamente el adhesivo puede comprender un aditivo adicional con grupos silano hidrolizables.

Los grupos silano unidos al polímero son en particular de la Fórmula I



En el que R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> independientemente uno del otro son cada uno un radical orgánico, con la condición que por lo menos uno de los grupos R<sup>1</sup>-R<sup>3</sup> es un grupo alcoxi, en particular un grupo alcoxi C1-C8, preferiblemente un grupo alcoxi C1-C4. Con particular preferencia dos, tres o todos los grupos R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son un grupo alcoxi.

Un grupo alcoxi adecuado con muy particular preferencia es el grupo metoxi, el grupo etoxi o bien, en particular, el grupo isopropoxi.

Los grupos restantes son cada uno del otro el radical orgánico, en particular un radical orgánico que puede comprender hasta 20 átomos de carbono y, si es apropiado, heteroátomo, tal como O, N, S. Particularmente los grupos alquilo adecuados, especialmente grupos alquilo C1-C20, alquilo C1-C10.

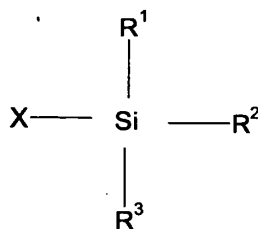
Este grupo silano se adhiere al polímero por medio de la cuarta valencia libre.

Ejemplos de grupos silano adecuados son grupos mono-, di- o trialcoxi silano, con los radicales restantes son grupos orgánicos, especialmente grupos alquilo.

El polímero comprende preferiblemente 0.001 a 0.1 mol, más preferiblemente 0,001 a 0,01 mol y muy preferiblemente 0,001 a 0,005 mol de los grupos silano por 100 g del polímero.

Los grupos silano se pueden adherir al polímero como un resultado de copolimerización con monómeros que comprenden grupos silano, uso de reguladores que comprenden grupos silano, o reacción del polímero con compuestos reactivos que comprenden grupos silano.

Los monómeros o reguladores adecuados que comprenden los grupos silano incluyen aquellos de la Fórmula II



en donde R<sup>1</sup> a R<sup>3</sup> son como se definió anteriormente y X es un grupo orgánico que tiene por lo menos un, preferiblemente un, grupo etilénicamente insaturado copolimerizable, en particular un vinilo, especialmente un grupo acrílico o metacrílico, o un grupo alilo, o un grupo regulador (es decir, un grupo Terminal de cadena), en particular un grupo mercapto. A pesar del grupo copolimerizable o grupo regulador también es posible en particular para X comprender un grupo espaciador, tal como un grupo alquilenos, por ejemplo, que une el grupo copolimerizable o regulador en el átomo de silicona. El grupo copolimerizable o regulador también, sin embargo, se puede adherir directamente al átomo de silicona. Preferiblemente X tiene un peso molar de menos de 200, en particular menos de 100 g/mol.

Ejemplos de monómeros incluyen viniltrióxosilano, viniltriisopropoxisilano, en donde el grupo vinilo se une directamente al átomo de silicona, metacriloxi propil trimetoxisilano, en donde el

grupo metacrílico se une al átomo de silicona por medio de un grupo propilo como un espaciador. Como regulador se puede mencionar mercaptopropiltrimetoxisilano.

La cantidad de los monómeros o reguladores anteriores en el polímero se selecciona de tal manera que se alcanza el contenido del grupo silano anterior; generalmente para este propósito son  
5 suficientes 0.005 a 5 partes en peso, más preferiblemente 0,01 a 2,0 más preferiblemente 0,1 a 1,0 partes en peso por 100 partes en peso del polímero.

Alternativamente el adhesivo puede comprender un aditivo con grupos silano hidrolizables. Tales aditivos preferiblemente pueden ser compuestos químicos que comprenden un grupo de la  
10 Fórmula I anterior. Los aditivos preferidos tiene un peso molecular bajo de 100 a 2000 g/mol, más preferiblemente 100 a 1000 g/mol, especialmente de 100 a 250 g/mol. Más preferiblemente tales aditivos tienen la Fórmula I anterior, en donde la valencia libre para el polímero se reenlaza por un sustituyente adicional R4.

El R4 puede ser un átomo de hidrógeno o un radical orgánico, en particular un radical orgánico que puede comprender hasta 20 átomos de carbono y, si es apropiado, heteroátomo, tal como  
15 O, N, S. Son particularmente adecuados los grupos alquilo, especialmente grupos alquilo C1-C20, C1-C10 o grupos alcoxi definidos anteriormente. El R4 más preferido comprende un grupo funcional como un grupo hidroxilo, un grupo primario, secundario o terciario, un grupo isocianato, un grupo ureido, un grupo carbamato, un grupo anhídrido, un grupo carboxílico o epoxi, por ejemplo un grupo glicidilo. Con particular preferencia uno, dos o tres de los grupos R<sup>1</sup> a R4 son un grupo alcoxi.

Ejemplos para tales aditivos son 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-ureidopropiltrimetoxisilano,  
20 3-isocianatopropiltrimetoxisilano. Los silanos adecuados se ofrecen por Wacker bajo el nombre comercial Geniosil®.

El adhesivo puede comprender un polímero sintético con grupos silano o un aditivo con grupos silano o ambos, un polímero sintético con grupos silano y un aditivo con grupos silano.

La cantidad total del grupo silano (que corresponde a la Fórmula I) es preferiblemente 0.001  
25 a 0.1 mol, más preferiblemente 0,001 a 0,01 mol y muy preferiblemente 0,001 a 0,005 mol por 100 g del polímero sintético, en donde el grupo silano se puede unir al polímero o puede ser parte de un aditivo o ambos.

Para el uso del adhesivo acuoso

El adhesivo acuoso comprende el polímero anterior como ligador. El adhesivo acuoso se  
30 puede componer únicamente del aglutinante o de la dispersión acuosa del ligador; alternativamente este puede comprender constituyentes adicionales.

El adhesivo acuoso se utiliza de acuerdo con la invención para la unión de recubrimientos para pisos no cerámicos. Los recubrimientos para piso cerámicos son, en particular, baldosas.

En el caso de los recubrimientos para pisos no cerámicos se puede hacer una distinción entre  
35 los recubrimientos para piso flexibles y no flexibles.

Para el uso de recubrimientos para piso flexibles

Para esta aplicación el adhesivo acuoso puede comprender, en particular, rellenos, resinas pegajosas (pegantes), espesantes, despumantes o agentes humectantes y/o asistentes de dispersión  
40 como aditivos adicionales.

Para esta aplicación el adhesivo preferiblemente comprende rellenos.

Los rellenos adecuados incluyen, en particular, rellenos inorgánicos. Ejemplos que se pueden mencionar incluyen tizas precipitadas o de molido fino especialmente aquellas que tienen un diámetro de partícula promedio de generalmente entre 2 y 50 mm y/o harina de cuarzo que tienen un diámetro  
45 de partícula promedio usual de 3 a 50 mm.

La cantidad del relleno es en particular 10 a 1000 partes en peso, más preferiblemente por lo menos 30, más preferiblemente por lo menos 60 partes en peso por 100 partes en peso del polímero (sólidos, sin disolvente).

5 Las resinas pegajosas preferidas (pegantes) son resinas con base en ácido abiético o abiótico modificado, por ejemplo, ácido abiótico hidrogenado o desproporcionado o ésteres de estos compuestos, que tienen una temperatura de transición de cristal de 0 a 90°C, preferiblemente 40 a 85°C.

Las resinas de este tipo se conocen en particular como rosinas.

10 Para la superficie humectada mejorada es posible para los adhesivos por comprender, en particular, asistentes humectantes, que son ejemplos de etoxilados de alcohol graso, etoxilados alquilfenol, ésteres sulfosuccínicos, etoxilados nonilfenol, polioxietilenos/propilenos o dodecilsulfonatos de sodio.

15 Los agentes humectantes se pueden comprender, por ejemplo, en cantidades de 0 a 5 partes en peso, espesantes en cantidades de 0 a 10 partes en peso, conservantes en cantidades de 0 a 3 partes en peso y despumantes en cantidades de 0 a 10 partes en peso por 100 partes en peso del polímero (sólidos, sin disolvente) en el adhesivo acuoso.

20 El adhesivo es preferiblemente esencialmente libre y más preferiblemente totalmente libre de disolventes orgánicos y plastificantes tal como butil acetato, tolueno o ftalatos, por ejemplo. Por lo tanto este comprende compuestos orgánicos que tienen un punto de ebullición por debajo de 300°C bajo presión atmosférica (1 bar) en cantidades por debajo, preferiblemente, 0.5, partes en peso, más preferiblemente por debajo de 0.1 partes en peso, muy preferiblemente por debajo de 0.05 partes en peso y en particular por debajo de 0.01 partes en peso por 100 partes en peso del polímero (sólidos, sin disolvente). Con particular preferencia el adhesivo cumple los requerimientos de libertad de las emisiones como se define por la Asociación Alemana para Materiales de Instalación de Emisiones controladas (Gemeinschaft Emissionskontrollierter Verlegewerkstoffe).

30 Las emisiones se determinan mediante un método de prueba de cámara. El adhesivo para piso o la composición de la invención se aplica a 300 g/m<sup>2</sup> en una placa de vidrio cuyo tamaño se gobierna por el volumen de la cámara. La cámara se carga con 0.4 m<sup>2</sup> de la placa de vidrio recubierta por m<sup>3</sup> del volumen de cámara. Las condiciones de emisión en la cámara de prueba de acero inoxidable (cuyo volumen es por lo menos 125 litros) son 23°C, 50% de humedad relativa y un régimen de cambio de aire horario que resulta en intercambio de aire completo cada 2 horas. Después de 10 días se determinan las emisiones a largo plazo. Para este propósito un volumen definido de la corriente de aire se pasa sobre los adsorbentes. Luego de desorción, las sustancias emitidas se determinan mediante gas (acoplamiento GC-MS) o cromatografía líquida. Se determinan emisiones a largo plazo en mg/m<sup>3</sup>,  
35 utilizando tolueno como una sustancia estándar. Las sustancias emitidas, cuya concentración de cámara es mayor de 20 mg/m<sup>3</sup> se identifican y se calibran con la sustancia pura identificada. Las sustancias emitidas cuya concentración de cámara es menos de 20 mg/m<sup>3</sup> no se identifican individualmente. En estos casos la calibración es con tolueno.

Se agregan los valores para todas las sustancias.

40 En el caso de la composición de la invención, el valor de emisión para la suma de todos los compuestos orgánicos no es más de preferiblemente 1500 mg/m<sup>3</sup> y en particular no más de 500 mg/m<sup>3</sup>.

45 El adhesivo acuoso se puede preparar en una forma simple, por ejemplo, al agregar los rellenos y si es apropiado aditivos adicionales, con agitación, con el polímero de dispersión acuoso obtenido de la polimerización de la emulsión.

El contenido de agua del adhesivo acuoso puede ser por ejemplo 5% a 50%, en particular 10% a 40%, en peso con base en la composición acuosa como un todo.

Los recubrimientos para piso flexibles son, en particular, alfombras u otros recubrimientos para piso, hechos, por ejemplo, de PVC (en configuraciones como recubrimientos multicapa o recubrimientos homogéneos), recubrimientos de espuma con un respaldo textil (por ejemplo, yute), recubrimientos de caucho no tejidos de poliéster, recubrimientos textiles, que incluyen aquellos, por ejemplo, con varios respaldos (tal como espuma de poliuretano, espuma de estireno-butadieno, un respaldo secundario textil), recubrimientos de fieltro para el suelo, recubrimientos de poliolefina o recubrimientos de linóleo.

Estos recubrimientos para piso flexibles se pueden pegar a sustratos tal como madera, plástico, sustratos minerales tal como pañete, concreto, baldosas cerámicas, sustratos de metal o similares.

El adhesivo se puede aplicar al sustrato utilizando, por ejemplo, un aplicador dentado. Después de la ventilación habitual, se provee el recubrimiento para piso.

Para el uso de recubrimientos para piso no flexibles

Los recubrimientos para piso no flexibles para los propósitos de la presente invención son, en particular, pisos de madera, preferiblemente pisos de bloque de madera o pisos de laminado. En este caso, de acuerdo con la invención, el adhesivo no se utiliza para la unión de las tabletas individuales en cada una sino para la unión de las tabletas al sustrato (instalación sin flotación).

El adhesivo acuoso comprende el polímero anterior como ligador. Para esta aplicación el adhesivo acuoso se puede componer únicamente del aglutinante o de la dispersión acuosa del ligador; alternativamente este puede comprender constituyentes adicionales, en particular, por ejemplo rellenos, resinas pegajosas (pegantes), espesantes, despumantes o agentes humectantes y/o asistentes dispersantes.

La composición de adhesivo de la invención exhibe un buen nivel de propiedades de desempeño tal como resistencia al pelado (adhesión), muy buena resistencia de corte (cohesión en la capa de adhesivo), desarrollo de resistencia en verde (desarrollo de resistencia al corte temprana), tiempo abierto (todavía buena adhesión después de larga ventilación) y resistencia al calor.

A) Ejemplos para recubrimientos para piso no flexibles (pisos de madera)

Síntesis de polímero

Información general: Las reacciones se hacen correr como polimerizaciones de emulsión semitanda en reactores equipados con un agitador mecánico. Se utilizan los siguientes materiales en las polimerizaciones: SULFOLE™ 120 t-dodecil mercaptan (de Phillips Petroleum of Bartlesville, OK) se utiliza como un agente de transferencia de cadena, Trilon BX, TEXAPON™ K 12 PA 15 lauril sulfato de sodio (Cognis Corp., Cincinnati, OH) como una solución acuosa al 15% y tensoactivo no iónico etoxilado Iconol™ TDA-8 (BASF Corp.) como una solución al 90% se utilizan como agentes de superficie activa; se utilizan como silanos DYNASYLAN VTEO (=viniltrietoxisilano) de Degussa y COATOSIL 1706 (=viniltris(isopropoxi)silano) de GE Siliconas. Procedimiento, se destacan aquí para Látex 1: Una mezcla de 199.6 g de agua, 0.06 g 40% de solución acuosa de g Trilon BX y se cargan 0.6 g de ácido ascórbico a un recipiente de reacción, y la mezcla se calienta a 90°C. De una carga inicial de 116.2 g de agua y 8.7 g de persulfato de sodio, se remueve 10% y se agrega a la mezcla de reacción. Posteriormente, se agregan las siguientes tres cargas separadas con índice de carga constante en esta forma: (a) el resto de la carga inicial se agrega dentro de 3.75 horas; (b) de una carga de mezcla de emulsión de monómero (que consiste de 165.0 g agua, 45.2 g 15% de lauril sulfato de sodio acuoso, 5.0 g 90% de Iconol acuoso TDA-8, 45.2 g 10% de hidróxido de sodio

acuoso, 1.1 g de t-dodecilmercaptan, 33.9 g de ácido metacrílico, y 1039.6 g de n-butil acrilato) 20 g se agregan dentro de 15 min, posteriormente otros 60 g dentro de 15 min, y el resto dentro de 3.0 horas; (c) después de un retraso de tiempo de 30 min se agregan 56.5 g de acrilonitrilo dentro de 2.5 h. Durante la duración completa de las cargas la temperatura se mantiene a 90°C. Después de la etapa de  
 5 carga el tanque de emulsión de monómero se enjuaga con 16.3 g de agua, y la temperatura se cambia a 85°C. La dispersión se separa posteriormente al agregar las siguientes dos mezclas como dos cargas separadas durante el curso de 2 horas: (a) 6.5 g 70% de solución de terc-butil hidroperóxido y 33.5 g de agua y (b) 4.5 g de metabisulfito de sodio, 2.6 g acetona y 32.9 g de agua. Luego, se agrega una  
 10 solución de 22.6 g 10% de NaOH y 19.2 g de agua, y 1.5 g 12.5% de hidrogen peróxido. El látex luego se enfría, y se agregan post adiciones opcionales (biocida).

Látex 2: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 11.3 g de AAEM y 1028.3 g de n-butil acrilato. Látex 3: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 6.8 g de viniltrióxosilano, 1028.3 g de n-butil acrilato y 61.0 g de acrilonitrilo.

Látex 4: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 8.5 g de  
 15 viniltris(isopropoxi)silano, 1028.3 g de n-butil acrilato y 59.3 g de acrilonitrilo.

Látex 5: se utilizan 156.0 g de agua en la carga inicial y 94.8 g de agua en la emulsión de monómero.

Látex 6: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 4.2 g de viniltrióxosilano, 1100.0 g de n-butil acrilato, 156.0 g de agua en la carga inicial y 94.8 g de agua en la emulsión de  
 20 monómero.

Látex 7: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 22.6 g de diacetonaacrilamida y 1017.0 g de n-butil acrilato.

Látex 8: Preparación de Látex 1, con estos cambios: se utilizan 4.5 g de viniltris(isopropoxi)silano, 1032.3 g de n-butil acrilato y 59.3 g de acrilonitrilo.

Látex 9: Preparación de Látex 1, con estos cambios: la carga inicial es 195.0 g de agua, 0.07 g de Trilon BX y 0.65 g de ácido ascórbico; la mezcla de emulsión de monómero es 144.3 g de agua, 52.0 g de 15% de lauril sulfato de sodio acuoso, 5.8 g 90% Iconol acuoso TDA-8, 52.0 g de 10% hidróxido de sodio acuoso, 9.8 g de 53% archilamida acuosa, 19.5 g de ácido metacrílico, y 1171.3 g de n-butil acrilato; otros ingredientes son los mismos como en el Látex 1, multiplicado por un factor  
 25 de 1.08.

Látex 10: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 9.8 g de viniltris(isopropoxi)silano y 1161.6 g de n-butil acrilato.

Látex 11: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 169.0 g de agua en la carga inicial y 98.0 g de agua en la emulsión de monómero.

Látex 12: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 7.2 g de  
 35 viniltris(isopropoxi)silano y 1164.2 g de n-butil acrilato.

Látex 13: Preparación de Látex 9, utilizando estireno en lugar de acrilonitrilo.

Látex 14: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 65.0 g de estireno y 39.0 g de acrilonitrilo.

Látex 15: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 39.0 g de estireno y 65.0 g de acrilonitrilo.

Látex 16: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 26.0 g de ácido metacrílico y no se utiliza acrilamida.

Látex 17: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 7.2 g de  
 45 viniltris(isopropoxi)silano, 1164.2 g de n-butil acrilato y 0.7 g de t-dodecil mercaptan.

Látex 18: Preparación de Látex 9, con estos cambios: se utilizan 84.5 g de estireno y 19.5 g de acrilonitrilo.

5 Determinación de sólidos totales, pH, tamaño de partícula, y viscosidad. Se determina el contenido de sólidos mediante el uso de un Instrumento Analizador de Humedad/Sólidos para microondas CEM Labware 9000 con una configuración de energía del 70%. Se conduce la determinación del pH al utilizar un metro Orion 310 pH, con calibre que se conduce antes de uso. El tamaño de partícula se logra mediante el uso del Formador de Tamaño de Partículas de Submicras NICOMP™ 308 utilizando un método dispersión de luz dinámica en un ángulo de 90° a 25°C. Se obtiene la viscosidad de cada muestra de látex utilizando un viscosímetro Brookfield RV BF-1 DVII.

10 Látex 1: 62.8% de contenido de sólidos, pH 7.3, viscosidad 290 cps  
 Látex 2: 63.8% de contenido de sólidos, pH 7.3, viscosidad 290 cps  
 Látex 3: 63.4% de contenido de sólidos, pH 6.6, viscosidad 270 cps  
 Látex 4: 63.2% de contenido de sólidos, pH 6.4, viscosidad 360 cps.  
 Látex 5: 67.7% de contenido de sólidos, pH 6.4, viscosidad 1320 cps.  
 15 Látex 6: 67.5% de contenido de sólidos, pH 6.4, viscosidad 280 cps.  
 Látex 7: 62.6% de contenido de sólidos, pH 6.5, viscosidad 70 cps.  
 Látex 8: 63.2% de contenido de sólidos, pH 6.4, viscosidad 70 cps.  
 Látex 9: 65.7% de contenido de sólidos, pH 7.6, viscosidad 420 cps.  
 Látex 10: 67.1% de contenido de sólidos, pH 7.6, viscosidad 560 cps.  
 20 Látex 11: 68.7% de contenido de sólidos, pH 7.4, viscosidad 900 cps.  
 Látex 12: 67.0% de contenido de sólidos, pH 7.8, viscosidad 460 cps.  
 Látex 13: 65.5% de contenido de sólidos, pH 7.0, viscosidad 1000 cps.  
 Látex 14: 66.0% de contenido de sólidos, pH 7.8, viscosidad 490 cps.  
 Látex 15: 66.1% de contenido de sólidos, pH 8.1, viscosidad 640 cps  
 25 Látex 16: 67.3% de contenido de sólidos, pH 7.0, viscosidad 400 cps.  
 Látex 17: 66.8% de contenido de sólidos, pH 8.3, viscosidad 430 cps.  
 Látex 18: 67.0% de contenido de sólidos, pH 7.6, viscosidad 594 cps.

30 Viscosidad a pH 9.5: Látex 1 - 520 cps, Látex 2 - 340 cps, Látex 3 - 270 cps, Látex 4 - 340 cps, Látex 5 - > 10 000 cps, Látex 6 - > 10 000 cps, Látex 7 -130 cps, Látex 8 - 141 cps, Látex 9 -187 cps, Látex 10 - 270 cps, Látex 11 - 986 cps, Látex 12 - 482 cps, Látex 13 - > 10 000 cps, Látex 14 - 594 cps, Látex 15 - 574 cps, Látex 16 - 478 cps, Látex 17 - 424 cps, Látex 18 -1536 cps.

35 Preparación de Película de Látex, Propiedades Mecánicas (prueba Tensil) y absorción de agua. Primero se prepara una película de látex mediante la edición de suficiente de agua para alcanzar un 40% de contenido de sólidos. La dispersión diluida resultante luego se vierte en un molde de Teflón y se le permite secar al aire durante 3 días a 25°C con 50% de humedad. Opcionalmente después, la película se coloca en un horno, a 50°C durante un tiempo específico. El espesor de película está en el orden de 0.02 pulgadas. La preparación de la muestra para experimentos de tensión se lleva a cabo al colocar primero el papel de liberación en ambos lados de la muestra y que corresponde a cortar muestras de 0.158" (en amplitud) "hueso de perro". Típicamente, se utilizan tres  
 40 muestras en la prueba. Se emplea un Instron 4505, equipado con una célula de sangre de 22. Se lleva a cabo elongación a 7.9 pulgadas/min, y se registran resistencia máxima y elongación para romper (ver tabla 1).

45 Se determina la absorción de agua de las películas al cortar 2 pulgadas mediante piezas de película de 2 pulgadas, la medición del peso seco, enjuague de las piezas en agua desionizada a temperatura ambiente durante 24 h, y medición del peso de las muestras después de tomarlas del agua.

La absorción del agua es el porcentaje en peso ganado, y este consiste de un promedio de 3-5 especímenes por muestra de prueba.

Tabla 1: resistencia máxima (N/mm2) y elongación en ruptura (5) para diferentes condiciones de cura

	Condición de cura 1	Condición de cura 2	Condición de cura 3	Condición de cura 4	Condición de cura 5
Látex 1	0,173, 2600%	0,255, 2600%	0,289, 2600%	0,255 2600%	0,42, 2600%
Látex 3	0,863, 1330%	1,43 890%	1,49 880%	1,61 700%	1,42 470%
Látex 4	0,15, 2600%	0,25, 2600%	0,44, 2500%	0,54, 2100%	1,48 820%
Látex 6	0,27, 2460%	0,72, 2010%	sin datos	0,91, 1350%	sin datos

Condición de cura 1: 5 días a temperatura ambiente

Condición de cura 2: 5 días a temperatura ambiente y 1 día a 50°C.

Condición de cura 3: 5 días a temperatura ambiente y 2 días a 50°C.

Condición de cura 4: 5 días a temperatura ambiente y 3 días a 50°C.

Condición de cura 5: . 5 días a temperatura ambiente y 9 días a 50°C.

5 Absorción de agua para condición de cura 2:

Látex 1 - 29.2%

Látex 3 - 25.0%

Látex 4 - 31.3%

10 El pH del látex se ajusta a los siguientes valores con 30% de hidróxido de amonio acuoso, y luego se aplica la condición de cura 2. (resistencia máxima en N/mm2; elongación de ruptura en %)

	pH=6.5	pH=7.0	pH=8.0	pH=9.0
Látex 3	1,62, 958%	1,58, 872%	1,49, 689%	1,81,602%
Látex 4	0,32; 2505%	0,42, 2568%	0,53, 2505%	0,91,2103%

15 Para la prueba de corte, las muestras se formulan en la siguiente forma: Mientras se agita, se agregan los siguientes ingredientes 126 g de la dispersión acuosa (60-65% de contenido de sólidos): 0.75 g Drewplus L-108 (de Ashland Chemicals), 0.15 g Igepal CO 530 (de Rhodia), 0.15 g Igepal CO 897 (de Rhodia), 1.5 g de una suspensión acuosa al 20% de STPP (=tripolifosfato de sodio, de Astaris). A esta mezcla, se agregan lentamente 135 g de Duramita (de Imerys) bajo agitación fuerte. El pH se ajusta a 8 - 9 utilizando KOH acuoso, y se agregan por último 3.0 g de Latekoll D (BASF Aktiengesellschaft). Se obtienen resultados de corte madera en madera utilizando un protocolo ASTM D 3498 ligeramente modificado. Todas las dimensiones que pertenecen a la madera y madera contrachapada se utilizan como aquellas indicadas en el estándar mencionado anteriormente. Sin embargo, después de colocar dos glóbulos de adhesivo en la madera con una pistola de caulking, el adhesivo se le permite secar al aire durante 10 minutos antes de colocar la tira de madera contrachapada. Después de esto, se utiliza un peso de diez libras para presionar la madera contrachapada en la madera. Luego se utilizan las uñas para asegurar la tira de madera contrachapada. Luego se conduce prueba como se especifica después que se le permite a las muestras secar durante 24 h, 5 días, y 2 semanas a 25°C con 50% de humedad. Se administra compresión utilizando el Instron 4505 con una velocidad cruzada de 0.2 pulgada/min, y se registra la carga máxima.

20

25

Pruebas de corte. Las muestras se curan bajo condiciones CT&H. los números se refieren a la tensión máxima (N/mm<sup>2</sup>)

	24 h	5 días	14 días
5	Látex 1 0,51	0,63	0,81
	Látex 3 1,19	0,76	0,99
	Látex 4 1,07	0,70	0,97

Tensiles de película de polímero de látex 10: La condición de cura 1 da 0,66 N/mm<sup>2</sup> y 2165%; la condición de cura 2 da 1,4 y 1330%; la condición de cura 3 da 1,87 y 1412%.

10 El pH del látex se ajusta a los siguientes valores con 30% de hidróxido de amonio acuoso, y luego se aplica condición de cura 2. (resistencia máxima en N/mm<sup>2</sup>; elongación en ruptura en %, absorción de agua en %)

	pH=8	pH = 9	pH=10
15	Látex 10 1,25,1474%,40%WA	1,54;1137%,36%W	1,67,884%,39%WA
	Condición de cura 1	Condición de cura 2	
	Tensil, elongación	Tensil, elongación	
	Látex 9 0,79, 2235%	1,15, 2402%	
	Látex 11 0,75, 2468%	0,93, 2452%	
	Látex 12 1,03, 2168%	1,66, 1664%	

pruebas de pelado a 90 grados (en N/mm<sup>2</sup>)

20	24 h	3 días	15 días
	Látex 10 0,98	1,06	1,23
	Látex 11 0,48	0,51	0,79
	Látex 12 1,14	0,800	1,08

Para estas pruebas de película se ha aplicado la condición de cura 2.

25	Resistencia tensil (N/mm <sup>2</sup> )	Elongación (%)	Absorción de agua (%)
	Látex 13 0,77	1113	17
	Látex 14 0,88	1963	30
	Látex 15 1,01	2083	29

30 Datos de elongación y tensil para el Látex 16 con condición de cura 2: 0,78 y 2390%. Los datos después de la adición de 0.15% de hidróxido de calcio: 1,60 y 1684%; después de la adición de 0.30% de hidróxido de calcio: 2,38 y 948% de elongación.

Datos de elongación y tensil para el Látex 17 y 18, utilizando las condiciones de cura 2: el Látex 17 exhibe 1,22 y 1538% de elongación; el Látex 18 exhibe 1,22 y 2111% de elongación.

Abreviaturas utilizadas en las siguientes tablas:

35	MAA:	ácido metacrílico
	AM.	acrilamida
	BA:	n- butil acrilato
	Silano 1:	viniltrióxido de silano
	Silano 2:	vinil(tri-isopropoxi)silano
40	DAAM:	diacetonaacrilamida
	AAEM:	acetoacetilmetacrilato
	Sty:	estireno
	ACN:	acrilnitrilo

Látex	Monómeros (pphm)			Modificación					Sólidos objetivo	
				Silano 1	Silano 2	DAAM	AAEM	Sty	ACN	
	MAA	AM	BA	(pphm)	(pphm)	(pphm)	(pphm)	(pphm)	(pphm)	(%)
1	3,0	0	92,0	0	0	0	0	0	5,0	64%
2	3,0	0	91,0	0	0	0	1,0	0	5,0	64%
3	3,0	0	91,0	0,6	0	0	0	0	5,4	64%
4	3,0	0	91,0	0	0,75	0	0	0	5,25	64%
5	3,0	0	92,0	0	0	0	0	0	5,0	70%
6	3,0	0	91,65	0,35	0	0	0	0	5,0	70%
7	3,0	0	90,0	0	0	2	0	0	5,0	64%
8	3,0	0	91,35	0	0,4	0	0	0	5,25	64%
9	1,5	0,4	90,10	0	0	0	0	0	8,0	67%
10	1,5	0,4	89,35	0	0,75	0	0	0	8,0	67%
11	1,5	0,4	90,10	0	0	0	0	0	8,0	70%
12	1,5	0,4	89,55	0	0,55	0	0	0	8,0	67%
13	1,5	0,4	90,10	0	0	0	0	8,0	0	67%
14	1,5	0,4	89,55	0	0	0	0	5,0	3,0	67%
15	1,5	0,4	90,10	0	0	0	0	3,0	5,0	67%
16	2,0	0	90,10	0	0	0	0	0	8,0	67%
17	1,5	0,4	89,55	0	0,55	0	0	0	8,0	67%
18	1,5	0,4	90,10	0	0	0	0	6,5	1,5	67%

Látex	Absorción de agua	Propiedades mecánicas		Propiedades físicas			
		Tensil (24 h, 50° C)			Sólidos	Viscosidad	Viscosidad
		Tensión N/mm2	Cepa (%)	PH	(%)	(cps)	(pH 9,5)
1	29%	0,3	2602	7,3	62,8	290	520
2	26%	0,17	2605	7,3	63,76	290	340
3	25%	1,63	958	6,6	63,4	270	270#
4	31%	0,33	2505	6,4	63,2	360	340#
5	35%	0,14	2538	6,4	67,7	1320	10000
6		0,73	2015	6,4	67,54	276	10000
7		0,31	2606	6,5	62,6	70	130
8				6,4	63,15	73	141
9	35%	0,87	1982	7,6	65,7	420	187
10	44%	1,41	1330	7,6	67,1	560	270
11	45%	0,94	2452	7,4	68,65	902	986
12	40%	1,67	1664	7,8	66,96	460	482
13	17%	0,78	1113	7,0	65,46	1000	10000
14	30%	0,88	1963	7,8	66,02	494	594
15	29%	1,02	2083	8,1	66,12	638	574
16	29%	0,78	2390	7,0	67,3	404	478
17	31%	1,23	1538	8,3	66,8	434	424
18	19%	1,23	2111	7,6	67,0	594	1536

B) Ejemplos para recubrimientos para piso flexibles

1. Preparación de las dispersiones de polímero mediante polimerización de emulsión

Para la polimerización de la emulsión se incluyen una semilla de poliestireno (1.5% en peso con base en monómeros) y una tercera cantidad de ácido itacónico en la carga inicial.

5 La temperatura de la polimerización es 78°C. El iniciador utilizado es persulfato de sodio y el emulsificante utilizado es Texapon<sup>R</sup> NSO-IS (sal Na etoxilada, alifática).

Los monómeros se miden durante un periodo de 5.5 horas, la solución de iniciador durante un periodo de 6 horas.

La composición de los polímeros se indica en la siguiente tabla (en partes en peso)

	Ejemplo	Comparación
BA	87,5	87,5
MMA	10	10
AA	2,5	2,5
tDMC	0,08	0,08
MEMO	0.025	-
Sólidos %	63,0	63,6
Valor de pH	6,6	6,2
Viscosidad mPas	114	86
BA: n-butyl acrilato MMA: metil metacrilato AA: ácido acrílico tDMC: Regulador de peso molecular, tectiaridodecil mercaptano (cantidades en partes en peso por 100 partes en peso de monómeros) MEMO: metacriloxi propiltrimetoxisilano		

10 2. Preparación de las composiciones acuosas

Las dispersiones del polímero se mezclan con los rellenos, pegantes y aditivos adicionales indicados en la siguiente tabla.

Polímero de dispersión del Ejemplo	28,6	-
Polímero de dispersión del ejemplo de comparación	-	28,6
Pegante	10	10
Latekoll D 4% de solución	13.6	14,1
Agitan VP 282	0,2	0,2
Pigmentverteiler NL	1	1
Ulmer Weiss XM	46,4	46,4

Cantidades en partes en peso

Pegante	50 partes Dercol M 10 (pegante en base de ácido abiético); 45 partes de Bremasin (pegante en base de éster de ácido abiético), 5 partes de Lumiten (emulsificante)
Latekoll:	Espesante (BASF)
Agitan:	Desespumante (Münzing)

Pigmentverteiler NL:	Asistente dispersante (BASF)
Ulmer Weiss XM:	Carbonato de calcio, relleno (Ulmo-Füllstoff-Vertrieb)

3. Prueba de desempeño

- Desarrollo de resistencia en verde

5 El adhesivo se descarga utilizando un recubrimiento DIN en un panel de fibra de de cemento (por ejemplo, Eternit® 2000) (20 x 50 cm) en la dirección de despegue. La cantidad aplicada es aproximadamente 350-400 g/m<sup>2</sup>. Tiras de recubrimiento para piso de fieltro (tiras NFC) se colocan en el lecho del adhesivo durante 10 minutos y se prensan con un rollo de 2.5 kg al enrollar hacia atrás y hacia adelante 3 veces. 30 minutos después de esto las tiras se halan con un dispositivo para retirar, en donde se mide la resistencia al pelado en N 5 cm.

- Resistencia al calor

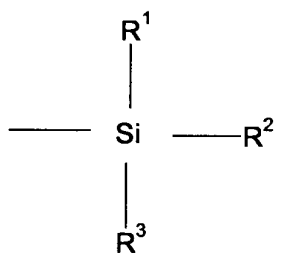
10 Después de airear durante 5 minutos se adhieren cinco tiras de prueba de PVC (60 x 50 mm), que se cubren con el adhesivo con el adhesivo, a fibra-cemento cuando se relaja en DIN 16860 (área de unión 10 cm<sup>2</sup>) y se mantiene durante 14 días en atmósfera de laboratorio estándar. Después de esto ellas se condicionan durante 30 minutos a 50 °C, luego se aplica una carga de 2 kg y los especímenes se mantienen a 50°C en un horno que circula aire hasta que ellas se desunen en 8max. 1440 min.).

15 Los resultados se establecen en la siguiente tabla:

Dispersión	Ejemplo	Ejemplo de comparación
Desarrollo de resistencia en verde (N/5cm)	21	9
Resistencia al calor a 50° C (min)	Más de 1440	85

## REIVINDICACIONES

1. Proceso para la unión de recubrimientos para piso no cerámicos a un sustrato, en donde se utiliza un adhesivo acuoso, que comprende un polímero sintético como un aglutinante y en donde el adhesivo comprende grupos silano hidrolizables.
- 5 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polímero en sí mismo comprende grupos silano hidrolizables o el adhesivo comprende un aditivo adicional con grupos silano hidrolizables.
3. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde los grupos silano se unen al polímero y son grupos de la Fórmula



10

en donde  $R^1$  a  $R^3$  independientemente uno del otro son cada uno un radical orgánico, con la condición que por lo menos uno de los radicales es un grupo alcoxi.

4. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3 en donde la cantidad de grupos silano es 0.001 a 0.1 mol/100 g del polímero.
- 15 5. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el polímero se sintetiza de por lo menos 40% en peso de monómeros principales seleccionados de alquil (met) acrilatos C1 a C20, ésteres vinilo de ácidos carboxílicos que comprenden hasta 20 átomos de carbono, aromáticos vinilo que tienen hasta 20 átomos de carbono, nitrilos etilénicamente insaturados, haluros vinilo, éteres vinilo de alcoholes que comprenden 1 a 10 átomos de carbono, hidrocarburos alifáticos que tienen 2 a 8 átomos de carbono y una o dos uniones, o mezclas de estos monómeros.
- 20 6. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el polímero se compone de por lo menos 40% en peso de alquil (met) acrilatos C1 a C20.
7. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en donde los grupos silano se adhieren al polímero como un resultado de copolimerización con monómeros que comprenden grupos silano, uso de reguladores que comprenden grupos silano, o reacción del polímero con compuestos reactivos que comprenden grupos silano.
- 25 8. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la fracción en peso de los reguladores y monómeros que comprenden grupos silano es 0.005 a 5 partes en peso por 100 partes en peso del polímero.
- 30 9. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el polímero es un polímero de emulsión y está en la forma de un polímero de dispersión acuoso.
10. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el contenido de sólidos del polímero de dispersión acuoso es 50% a 75%, en particular 55% a 70% en peso.
- 35 11. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, en donde la viscosidad del polímero de dispersión es 50 a 1000, en particular 50 a 500 mPas.
12. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la temperatura de transición de cristal del polímero es -60 a 0°C.

13. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12 para la unión de recubrimientos para piso flexibles, especialmente alfombras.
14. Proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en donde el adhesivo comprende 10 a 400 partes en peso de rellenos por 100 partes en peso del polímero (sólidos).
- 5 15. Proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 y 14, en donde el adhesivo puede comprender adicionalmente resinas pegajosas, espesantes y agentes humectantes.
16. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 13 a 15, en donde el adhesivo se aplica al sustrato y posteriormente se provee el recubrimiento para piso.
- 10 17. Proceso de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12 para la unión de recubrimientos para piso no flexibles hechos de madera, especialmente bloques de madera o laminado.