



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 558**

51 Int. Cl.:
C09J 133/08 (2006.01)
C09F 1/04 (2006.01)
C09J 11/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03706486 .2**
86 Fecha de presentación : **12.02.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1474493**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.11.2004**

54 Título: **Pegamento en dispersión acuoso con un bajo grado de emisiones.**

30 Prioridad: **13.02.2002 DE 102 05 893**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73 Titular/es: **Henkel KGaA**
Henkelstrasse 67, Postfach 1100
40191 Düsseldorf, DE
Arizona Chemical

72 Inventor/es: **Tamcke, Thomas;**
Rijsdijk, Henk y
Honkanen, Kari

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

ES 2 295 558 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

Pegamento en dispersión acuoso con un bajo grado de emisiones.

5 La invención se refiere a un pegamento en dispersión con un bajo grado en emisiones, a base de polímeros con una adición de una resina de taloil modificada con grupos carboxilo. El pegamento se caracteriza por una emisión especialmente baja y tiene, lo demás, propiedades esencialmente idénticas a las de un pegamento con proporciones en componentes de disolventes con elevado punto de ebullición, especialmente en lo que se refiere a su aptitud al
10 esparcido mediante cepillo, a su adhesión inicial y a su tiempo de fraguado. El pegamento es adecuado de una manera muy buena para pegar recubrimientos para suelos.

Los pegamentos en dispersión y su aplicación, especialmente en mezcla con resinas generadoras de pegajosidad (taquificantes), son conocidos. De este modo se describe en la publicación EP 0 490 191 A2 una composición para
15 pegamento, que contiene A) un pegamento de acrilato acuoso y B) una mezcla formada por una resina generadora de pegajosidad y un compuesto de la fórmula general $R^1-O-(X-O)_n-R^2$, en la que X significa un alquileo con 2 hasta 4 átomos de carbono, n significa un número entero comprendido entre 1 y 8 y R' y R² significa hidrógeno o un resto arilo o un resto alcarilo con 6 hasta 12 átomos de carbono, sin que R' y R² signifiquen hidrógeno simultáneamente.

20 Con el fin de poder aprovechar la adherencia de las resinas sólidas de bálsamo en los pegamentos en dispersión, las resinas tienen que llevarse hasta una forma líquida. Esto puede conseguirse, por ejemplo, mediante la solución de las resinas en disolventes aromáticos. Tales soluciones de resinas se añaden a continuación, por ejemplo, a una dispersión polímera dotada en caso dado ya con aditivos.

Los pegamentos en dispersión modernos, exentos de disolventes, contienen de igual modo resinas de bálsamo.
25 Sin embargo, con el fin de no modificar de manera negativa el comportamiento a las emisiones de tales pegamentos, no se añaden a la dispersión soluciones de resinas sino que se añaden las denominadas fusiones de resinas. Para la obtención de tales fusiones de resinas se emplean, en lugar de disolventes de bajo punto de ebullición, por ejemplo disolventes con un punto de ebullición por encima de los 200°C. En tales mezclas de resinas constituidas por resinas y por un plastificante o bien por un disolvente de elevado punto de ebullición los pegamentos obtenidos tienen una
30 emisión tanto más baja cuanto menor sea la proporción de estos productos en el pegamento y cuanto mayor sea el peso molecular del plastificante o bien del disolvente de elevado punto de ebullición. Puesto que la viscosidad de tales preparaciones es demasiado elevada, sin embargo, para una incorporación de las preparaciones en una dispersión polímera a temperatura ambiente, tiene que calentarse la preparación como paso previo a la adición de la dispersión polímera.

35 Cuando quieran fabricarse pegamentos con un valor en emisiones extraordinariamente bajo, no es suficiente el empleo de los disolventes, precedentemente citados, de elevado punto de ebullición. Para ello son adecuados únicamente aquellos productos que presenten un punto de ebullición por encima de los 300°C, de manera preferente por encima de los 350°C. Estos productos, por ejemplo los plastificantes clásicos tales como los ftalatos o los benzoatos presentan,
40 sin embargo, frecuentemente el inconveniente de que la viscosidad de las preparaciones de resina es tan elevada que tiene que elegirse también muy elevada la temperatura para la incorporación en el pegamento. Mediante el aumento de la proporción en plastificante o bien en un disolvente de elevado punto de ebullición ciertamente puede reducirse la viscosidad de la mezcla de resinas, sin embargo se modifican entonces gravemente también las propiedades esenciales de los pegamentos fabricados a partir de los mismos. De este modo se empeoran, por ejemplo, las propiedades reológicas del pegamento (la viscosidad, la aptitud al esparcido con cepillo) y el tiempo de fraguado se acorta con frecuencia. Además, sucede que el empleo de tales fusiones de resinas reduce claramente el efecto generador de pegajosidad de la resina de tal manera que con frecuencia ya no pueden alcanzarse las propiedades de pegado deseadas.

Otro postulado para la solución de este problema está basado en el empleo de ésteres de resina blanda, cuyo empleo
50 reduce la viscosidad de una preparación de resina correspondiente. En este caso tiene un efecto problemático el que los ésteres de las resinas sólo son difícilmente compatibles con la dispersión polímera, que se emplea de manera usual, debido a sus bajos índices de acidez. De manera frecuente, los pegamentos fabricados mediante el empleo de tales ésteres de resina blanda presentan, por lo tanto, inconvenientes en lo que se refiere a la estabilidad y a la adherencia.

55 Se conoce por la publicación WO 98/56867 un pegamento en dispersión acuoso con un bajo grado de emisiones, que contiene poliacrilatos, adiciones de resinas generadoras de pegajosidad, plastificantes o bien disolventes difícilmente volátiles, de elevado punto de ebullición así como, en caso dado, otros aditivos. Las dispersiones de pegamentos descritas contienen una mezcla de resinas constituida por bálsamo-colofonio y por un éster de resina blanda de colofonio carboxilado. Ciertamente, los pegamentos descritos presentan una excelente adherencia pero, sin embargo,
60 presentan inconvenientes desde otros puntos de vista siendo problemático concretamente el que la materia prima (resina de bálsamo) que se requiere para la mezcla de resinas, puede presentar valores de emisión muy elevados. Cuando deban reducirse los valores de las emisiones tendrá que someterse la materia prima, por lo tanto, a una etapa de procedimiento según la cual se eliminan de la resina los compuestos fácilmente volátiles. Sin embargo es significativa costes adicionales que deben ser evitados tanto desde el punto de vista económico así como también desde el punto de vista ecológico.

Mientras que la resina de bálsamo-colofonio se obtiene por medio de la denominada obtención de la resina in vivo de pinos, por ejemplo en Portugal, en China o en Brasil, la resina de taloil-colofonio, que es químicamente idéntica,

ES 2 295 558 T3

constituye un producto secundario de la fabricación del papel. La resina de taloil-colofonio y la resina de bálsamo-colofonio se diferencian sin embargo en lo que se refiere a sus componentes. A diferencia de lo que ocurre en la resina de bálsamo-colofonio, la resina de taloil-colofonio es más pura desde el punto de vista química, por regla general tiene un menor grado de emisiones (en función de las etapas de elaboración en la obtención a partir de los residuos de la madera) y está disponible con una calidad constante.

Se ha intentado ya, frecuentemente, emplear la resina de taloil-colofonio como alternativa a la resina de bálsamo-colofonio en los pegamentos en dispersión. En función de la pureza de la resina de taloil-colofonio, esta materia prima presenta, sin embargo, una fuerte tendencia a la cristalización. Esto conduce, a su vez, a una menor adherencia de la resina de taloil-base no es suficiente, por regla general, para cumplir las elevadas exigencias. Ahora se han podido imponer algunas resinas de taloil completamente esterificadas, por ejemplo el éster de glicerina de la resina de taloil. Sin embargo su empleo está fuertemente limitado puesto que está limitada la compatibilidad de estos ésteres de resina con las dispersiones polímeras usuales y, por lo tanto, no son suficientes las propiedades de adherencia deseadas, por ejemplo el poder de adhesión en húmedo.

A partir de este estado de la técnica, la presente invención tenía como tarea reducir todavía más los valores de las emisiones de un pegamento que contiene resinas sin que se empeorasen las demás propiedades a la hora de la fabricación y del procesado así como las propiedades propias de la ingeniería de los pegamentos frente a los pegamentos con resinas de bálsamo. Esto es válido, especialmente, para la incorporación de la resina en la dispersión polímera, para la viscosidad y la aptitud al esparcido con cepillo del pegamento, al tiempo de fraguado, a la adherencia inicial, a la adherencia final y a la estabilidad frente al calor del pegado.

Se ha encontrado ahora, que pueden resolverse las tareas precedentemente citadas si se utiliza una resina de taloil carboxilada a título de resina generadora de pegajosidad.

El objeto de la presente invención consiste, por lo tanto, en un pegamento en dispersión acuoso, con bajo grado de emisiones, conteniendo el pegamento en dispersión una resina de taloil carboxilada, con las características de la reivindicación 1.

El pegamento en dispersión, de conformidad con la invención, contiene, además de, al menos, una resina de taloil carboxilada, una dispersión acuosa de un polímero o de una mezcla formada por dos o varios polímeros.

El polímero o la mezcla formadas por dos o por varios polímeros, está constituido de manera preferente por polímeros que han sido polimerizados por medio de radicales tales como los que pueden ser obtenidos a partir de monómeros etilénicamente insaturados.

El polímero contiene, de manera preferente, los denominados monómeros principales, elegidos entre los (met)acrilatos de alquilo con 1 hasta 20 átomos de carbono, los ésteres de vinilo de los ácidos carboxílicos que contienen hasta 20 átomos de carbono inclusive, los hidrocarburos vinilaromáticos con hasta 20 átomos de carbono inclusive, los nitrilos etilénicamente insaturados, los halogenuros de vinilo, los hidrocarburos no aromáticos con, al menos, 2 dobles enlaces conjugados o mezclas de estos monómeros.

Los monómeros, que han sido citados precedentemente, o bien las mezclas de estos monómeros están contenidos en el polímero de manera preferente en un 60 hasta un 100% en peso, de manera preferente en un 80 hasta un 100% en peso, de manera especialmente preferente en un 90 hasta un 99,8% en peso, referido al polímero.

En particular deben citarse, por ejemplo, los ésteres de alquilo del ácido acrílico o los ésteres de alquilo del ácido metacrílico con un resto alquilo con 1 hasta 12 átomos de carbono, tales como el metacrilato de metilo, el acrilato de metilo, el acrilato de n-butilo, el acrilato de etilo y el acrilato de 2-etilhexilo. De manera especial son adecuados también aquellos polímeros que puedan ser obtenidos mediante la polimerización de mezclas de ésteres de alquilo del ácido acrílico y de ésteres de alquilo del ácido (met)acrílico.

Para la obtención de los polímeros adecuados son convenientes, por ejemplo, también los ésteres de vinilo de los ácidos carboxílicos con 1 hasta 20 átomos de carbono. Para la obtención de los polímeros adecuados son convenientes, por ejemplo, el laurato de vinilo, el estearato de vinilo, el propionato de vinilo, el éster de vinilo del ácido versático o el acetato de vinilo o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

Como compuestos vinilaromáticos son adecuados, por ejemplo, el viniltolueno, el α -metilestireno y el p-metilestireno, el α -butilestireno, el 4-n-butilestireno, el 4-n-decilestireno y el estireno. Ejemplos de nitrilos adecuados son el acrilonitrilo y el metacrilonitrilo.

Para la obtención de los polímeros adecuados son convenientes, de igual modo, los halogenuros de vinilo, por ejemplo los compuestos etilénicamente insaturados substituidos por cloro, por flúor o por bromo, tales como el cloruro de vinilo o el cloruro de vinilideno o sus mezclas.

Para la obtención de los polímeros adecuados son convenientes, de igual modo, los hidrocarburos no aromáticos con 2 hasta 8 átomos de carbono y con, al menos, dos dobles enlaces olefinicos tales como el butadieno, el isopreno y el cloropreno.

ES 2 295 558 T3

Otros monómeros, que pueden estar contenidos en el polímero, por ejemplo, desde 0 hasta un 40% en peso, de manera preferente desde 0 hasta un 20% en peso y, de manera especialmente preferente, desde un 0,2 hasta un 10% en peso son, de manera especial, los (met)acrilatos de hidroxialquilo con 1 hasta 10 átomos de carbono, la (met)acrilamida así como sus derivados sustituidos sobre el nitrógeno por alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, los ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados, los ácidos dicarboxílicos, sus semiésteres y sus anhídridos, por ejemplo el ácido (met)acrílico, el ácido maleico, el ácido fumárico, el anhídrido del ácido maleico, los semiésteres del ácido maleico y del ácido fumárico y el ácido itacónico.

La temperatura de transición vítrea de los polímeros adecuados se encuentra comprendida, de manera preferente, entre -50 y -10°C, por ejemplo está comprendida entre -40°C y -15°C o está comprendida entre -15 y -30°C.

La temperatura de transición vítrea del polímero puede determinarse según los métodos usuales tales como el análisis térmico diferencial o Differential Scanning Calorimetry (véase por ejemplo la norma ASTM 3418/82, denominada "temperatura del punto medio" - "midpoint temperature").

El promedio en número del peso molecular (M_n) de la parte soluble de los polímeros adecuados es, por ejemplo, menor que 30.000 o menor que 20.000, por ejemplo menor que 15.000, siendo el promedio en peso del peso molecular (M_w) por ejemplo mayor que 250.000 (determinado mediante la cromatografía de permeación de gel con poliestireno como patrón sobre una solución polímera en tetrahidrofurano tras sedimentación de los componentes insolubles).

Sin embargo, el M_n no se encuentra, en general, por debajo de 5.000 g/mol y el M_w no se encuentra, en general, por encima de 800.000 g/mol.

La obtención del polímero se lleva a cabo, por ejemplo, mediante polimerización por medio de radicales. Los métodos adecuados de la polimerización, tales como la polimerización en substancia, en solución, en suspensión o en emulsión, con conocidos por el técnico en la materia.

De manera preferente, el copolímero se obtendrá mediante polimerización en solución con subsiguiente dispersión en agua o, de manera especialmente preferente, mediante polimerización en emulsión de tal manera, que se obtengan dispersiones polímeras acuosas.

La polimerización en emulsión puede llevarse a cabo de manera discontinua, con o sin el empleo de látices de siembra, mediante la disposición previa de todos los componentes o de algunos de los componentes de la mezcla de la reacción, o, de manera preferente, mediante la disposición previa parcial y la dosificación ulterior de los componentes o de los componentes individuales de la mezcla de la reacción, o según el procedimiento de dosificación sin disposición previa.

Los monómeros pueden polimerizarse en el caso de la polimerización en emulsión, como es usual, en presencia de un iniciador soluble en agua y de un emulsionante preferentemente entre 30 y 95°C.

Los iniciadores adecuados son, por ejemplo, el persulfato de sodio, de potasio y de amonio, el hidroperóxido de terc.-butilo, los azocompuestos solubles en agua o incluso los iniciadores Redox tal como H_2O_2 /ácido ascórbico.

Como emulsionantes sirven, por ejemplo, las sales alcalinas de los ácidos grasos de cadena larga, los sulfatos de alquilo, los sulfonatos de alquilo, los sulfonatos de arilo alquilados o los bifenílétersulfonatos alquilados. De igual modo entran en consideración a título de emulsionantes los productos de reacción de los óxidos de alquilo, especialmente del óxido de etileno o del óxido de propileno con alcoholes grasos, con ácidos grasos o con fenol, o bien con alquilfenoles.

En el caso de las dispersiones secundarias acuosas se preparará el copolímero en primer lugar mediante polimerización en solución en un disolvente orgánico y, a continuación, dispersión en agua sin empleo de un emulsionante o de un agente dispersante mediante la adición de formadores de sales, por ejemplo de amoníaco a los copolímeros que contienen los grupos carboxílicos. El disolvente orgánico puede eliminarse por destilación. La obtención de las dispersiones secundarias acuosas es conocida por el técnico en la materia y se ha descrito, por ejemplo, en la publicación DE-A-37 20 860.

Para el ajuste el peso molecular pueden ser empleados reguladores durante la polimerización. A título de ejemplo son adecuados los compuestos que contienen -SH tales como el mercaptoetanol, el mercaptopropanol, el tiofenol, la tioglicerina, el éster de etilo del ácido tioglicólico, el éster de metilo del ácido tioglicólico y el terc.-dodecilmercaptano.

El contenido en materia sólida de las dispersiones polímeras obtenidas se encuentra comprendido, de manera preferente, entre un 40 y un 80, de forma especialmente preferente se encuentra comprendido entre un 45 y un 75% en peso. Pueden ajustarse mayores contenidos en materia sólida de los polímeros, por ejemplo según los procedimientos que han sido descritos en la solicitud de patente alemana P 4 307 683.1 o en la publicación EP 37 923.

Las dispersiones de poliacrilato, especialmente adecuadas de conformidad con la invención, han sido descritas, por ejemplo, en la publicación EP 0 490 191 A2. Por lo tanto el poliacrilato está constituido en su mayor parte por acrilatos y/o por metacrilatos de alcoholes que contienen desde 1 hasta 24 átomos de carbono. En general, estos

ES 2 295 558 T3

componentes monómeros están contenidos en el poliacrilato en una proporción mayor que el 25% en peso. Otros componentes monómeros son, por ejemplo: los ésteres de vinilo y los ésteres de alilo de los ácidos carboxílicos con 1 hasta 20 átomos de carbono, los éteres de vinilo de los alcoholes con 1 hasta 8 átomos de carbono, los compuestos vinilaromáticos, los halogenuros de vinilo, los hidrocarburos no aromáticos con 2 hasta 8 átomos de carbono y con, al menos, un doble enlace olefínico, los ácidos monocarboxílicos o los ácidos dicarboxílicos α,β -insaturados con 3 hasta 6 átomos de carbono así como sus derivados (ante todo las amidas, los ésteres y las sales). La proporción en peso de los componentes monómeros se elegirá de tal manera que el poliacrilato presente una temperatura de transición vítrea comprendida entre -60 y 0°C, de manera preferente comprendida entre -50 y -10°C. Con relación a otros detalles y, ante todo, con relación a la obtención de las dispersiones de poliacrilato acuosas se hará referencia a la publicación EP 0 490 191 A2 o a la publicación DE 198 01 892 A1.

Sin embargo, en el ámbito de la presente invención pueden emplearse también dispersiones de poliacrilato según la publicación EP 0 620 243.

El contenido en materia sólida de las dispersiones de poliacrilato acuosas se encuentra, de manera preferente, en el intervalo comprendido entre un 40 y un 65% en peso medido según la norma DIN 53189.

Las dispersiones adecuadas, que pueden ser adquiridas en el comercio, son por ejemplo los productos Arconal[®] A323, Arconal[®] A 378, Arconal[®] A 380 (fabricante: BASF), Airflex[®] EAF 60, Airflex[®] EAF 67 (fabricante: APP), Mowilith[®] DM 1340 (fabricante: Clariant), Primal[®] CA 162 o Primal[®] CA 172 (fabricante: Rohm & Haas).

La resina de taloíl-colofonio carboxilada, descrita de conformidad con la invención, está constituida por una resina de taloíl modificada. Ésta presenta a 40°C una viscosidad dinámica comprendida entre 10 y 80 Pa*s según la norma DIN 53214. La resina de taloíl-colofonio carboxilada presenta un índice de acidez en el intervalo comprendido entre 10 y 140, de manera preferente comprendido entre 110 y 130 mg de KOH/g según la norma DIN 53402 o un punto de reblandecimiento (anillo y bola) desde aproximadamente 35 hasta aproximadamente 70°C, de manera especial desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 70°C, en particular desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 60°C. El éster de la resina puede ser tanto saturado como también insaturado.

El éster de resinas blandas de colofonio parcialmente esterificado puede obtenerse, por ejemplo, mediante esterificación de la resina de taloíl-colofonio con un índice de acidez comprendida entre aproximadamente 160 y 180 mg de KOH/g y con un contenido en ácidos resínicos libres desde aproximadamente un 80 hasta aproximadamente un 95% en peso, mediante dioles tales como el dietilenglicol o el trietilenglicol con subsiguiente esterificación parcial de los grupos OH mediante anhídridos de ácidos, tal como por ejemplo el anhídrido del ácido maleico.

En el ámbito de la presente invención se empleará en el pegamento en dispersión acuoso, de conformidad con la invención, una resina de taloíl-colofonio carboxilada, que puede obtenerse según un nuevo procedimiento, que comprende varias etapas.

El procedimiento para la obtención del derivado de la resina de taloíl-colofonio carboxilada discurre a través de varias etapas, en el que

- a) en una primera etapa se hace reaccionar una resina de taloíl-colofonio con un ácido carboxílicos olefínicamente insaturado,
- b) en una segunda etapa se añade un agente desproporcionador,
- c) en una tercera etapa se añade un poliol y
- d) en una cuarta etapa se añade un agente de neutralización.

En este caso se lleva, por ejemplo, en el ámbito de una primera etapa, la resina, en una atmósfera inerte, hasta una temperatura comprendida entre aproximadamente 120 y aproximadamente 280°C. A continuación se añade a la resina calentada un ácido carboxílicos insaturado o un anhídrido de un ácido carboxílico insaturado. El ácido se añade, de manera preferente, a una temperatura comprendida entre aproximadamente 180 y aproximadamente 250, de manera especial comprendida desde aproximadamente 200 hasta aproximadamente 240 o comprendida desde aproximadamente 210 hasta aproximadamente 230°C. La reacción entre el ácido carboxílico insaturado o una mezcla formada por dos o varios ácidos carboxílicos insaturados o por un anhídrido de un ácido carboxílico insaturado o una mezcla formada por dos o varios anhídridos de ácidos carboxílicos insaturados debería proseguirse durante un período de tiempo comprendido entre aproximadamente 20 y aproximadamente 150 o comprendido entre aproximadamente 30 y aproximadamente 120 minutos, de manera especial durante aproximadamente 40 hasta aproximadamente 90 minutos.

En una segunda etapa se enfría ahora la mezcla de la reacción, por ejemplo, hasta una temperatura comprendida entre aproximadamente 120 y aproximadamente 190°C, por ejemplo comprendida entre aproximadamente 130 y aproximadamente 180 o comprendida entre aproximadamente 140 y aproximadamente 160°C. Cuando se alcance la temperatura deseada, se añadirá un agente desproporcionador. La mezcla de la reacción se mantiene a esta temperatura durante un período de tiempo comprendido entre aproximadamente 10 y aproximadamente 80 o comprendido

ES 2 295 558 T3

entre aproximadamente 10 y aproximadamente 60 minutos, de manera especial durante aproximadamente 20 hasta aproximadamente 40 minutos.

5 En una tercera etapa se lleva la mezcla de la reacción, por ejemplo, hasta una temperatura comprendida entre aproximadamente 230 y aproximadamente 280°C, de manera especial a una temperatura comprendida entre aproximadamente 245 y aproximadamente 255°C y se añade un poliol a la mezcla de la reacción para la esterificación. La duración de la reacción para la esterificación debería estar comprendida entre aproximadamente 40 y aproximadamente 200, a título de ejemplo entre aproximadamente 60 y aproximadamente 180 minutos, de manera especial entre aproximadamente 90 y aproximadamente 120 minutos.

10 En una cuarta etapa se lleva la mezcla de la reacción, por ejemplo, hasta una temperatura comprendida entre aproximadamente 200 y aproximadamente 240, de manera especial comprendida entre aproximadamente 210 y aproximadamente 230°C y la mezcla de la reacción se combina con un agente de neutralización. La mezcla de la reacción, tratada de este modo, se mantiene a la temperatura establecida durante un período de tiempo comprendido entre aproximadamente 30 y aproximadamente 100 minutos, de manera especial comprendido entre aproximadamente 50 y aproximadamente 70 minutos y a continuación se elabora.

15 Como ácidos carboxílicos insaturados son adecuados, en el ámbito de la presente invención fundamentalmente todos los ácidos monocarboxílicos o los ácidos policarboxílicos que presenten, al menos, un doble enlace olefínicamente insaturado. Sin embargo se emplearán, de manera preferente, los ácidos carboxílicos insaturados que presenten aproximadamente 12 átomos de carbono como máximo, de manera especial los ácidos carboxílicos olefínicamente insaturados con aproximadamente 4 hasta aproximadamente 10 átomos de carbono. En el ámbito de otra forma preferente de realización de la presente invención, los ácidos carboxílicos insaturados están constituidos por ácidos dicarboxílicos, de manera especial están constituidos por el ácido maleico o por el ácido fumárico o por sus mezclas. La cantidad de los ácidos carboxílicos insaturados, con relación a la resina de taloil empleada, está comprendida aproximadamente entre un 1 y aproximadamente un 10% en peso, de manera especial está comprendida entre aproximadamente un 2 y aproximadamente un 8 o entre aproximadamente un 3 y aproximadamente un 5% en peso.

20 Como agentes desproporcionadores son adecuados, fundamentalmente, todos los compuestos con cuya ayuda pueda interrumpirse la reacción entre la resina de taloil y el ácido carboxílicos o entre la resina de taloil y la mezcla de ácidos carboxílicos. En este caso son especialmente adecuados aquellos compuestos que sean capaces de captar radicales. Tales compuestos pueden añadirse en el ámbito de la presente invención individualmente o en forma de mezcla formada por dos o por varios compuestos adecuados. En el ámbito de una forma preferente de realización de la presente invención se añadirán como agentes desproporcionadores fenoles aromáticos, estéricamente impedidos. En el ámbito de una forma especialmente preferente de realización de la presente invención se añadirá el 4,4'-tiobis(3-metil-6-terc.-butilfenol) junto con yodo como agente desproporcionador. Los agentes desproporcionadores adecuados se añadirán, en el ámbito de la presente invención, en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,01 y aproximadamente un 1% en peso, de manera especial en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,05 y aproximadamente un 0,5% en peso. Los aditivos, que favorecen la interrupción de la reacción, por ejemplo el yodo, se añadirán, de manera preferente, en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,01 y aproximadamente un 1% en peso, de manera especial en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,08 y aproximadamente un 0,5% en peso, por ejemplo en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,1 y aproximadamente un 0,3% en peso, referido a la cantidad empleada de resina de taloil.

25 A título de polioles son adecuados, en el ámbito de la presente invención, fundamentalmente todos aquellos compuestos que dispongan de dos o varios grupos OH. Son especialmente adecuados en este caso los polioles, cuyo peso molecular se encuentre por debajo de aproximadamente 500, de manera especial por debajo de aproximadamente 300. En este caso son especialmente adecuados el etilenglicol, el dietilenglicol, el trietilenglicol, el 1,2-propanodiol, el dipropilenglicol, los butanodioles isómeros, los hexanodioles, los octanodioles, las mezclas industriales de hidroxialcoholes grasos con 14 hasta 22 átomos de carbono, el trimetilolpropano o la glicerina o mezclas constituidas por dos o varios de los polioles citados. Los polioles se añadirán a la mezcla de la reacción en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 0,5 y aproximadamente un 10% en peso, a título de ejemplo en una cantidad comprendida entre aproximadamente un 1 y aproximadamente un 7 o comprendida entre aproximadamente un 2 y aproximadamente un 4% en peso, referido a la cantidad empleada de resina de taloil.

30 Como agentes de neutralización son adecuados fundamentalmente todos aquellos compuestos que reaccionen con los grupos carboxilo en el derivado de la resina de taloil según una reacción de neutralización en el sentido de una reacción ácido/base. A título de ejemplo son adecuadas las bases inorgánicas tales como los óxidos o los hidróxidos de los metales alcalinos o de los metales alcalinotérreos, especialmente de los metales alcalinos, por ejemplo el LiOH, el NaOH o el KOH.

35 Como agentes de neutralización son adecuadas, además, las aminas, que pueden hacerse reaccionar con un grupo carboxilo bajo protonización. Las aminas adecuadas son, por ejemplo, las aminas primarias, secundarias o terciarias que pueden presentar en caso dado, además, uno o varios grupos funcionales. Son especialmente adecuadas las aminas tales como la trimetilamina, la trietilamina o sus homólogos superiores o las aminas que presenten una o varias funcionalidades OH, por ejemplo la etanolamina, la dietanolamina o, de manera especial, la trietanolamina. Los agentes de neutralización se emplean en una cantidad que es suficiente para hacer que el producto de la reacción presente el estado de neutralización deseado. De manera preferente, la cantidad de agente de neutralización está comprendida en-

ES 2 295 558 T3

tre aproximadamente un 0,5 hasta aproximadamente un cinco % en peso o está comprendida desde aproximadamente un 1 hasta aproximadamente un 3% en peso, referido a la cantidad empleada de la resina de taloil.

5 Los derivados de la resina de taloil, preparados de este modo, disponen de un perfil de propiedades que permite un empleo de los derivados de la resina de taloil como taquificantes en los pegamentos de dispersión. El objeto de la presente invención está constituido por lo tanto, también, por los derivados de la resina de taloil que pueden ser preparados según un procedimiento de conformidad con la invención.

10 Para la obtención de un pegamento en dispersión, de conformidad con la invención, se incorporan los derivados de la resina de taloil anteriormente citados en una dispersión polímera. Tal como ya se ha explicado al comienzo en el ámbito del presente texto, se empleará en este caso una preparación de resina, teniéndose en consideración los valores de emisión del pegamento formado, que, en el caso de conformidad con la invención, abarque un derivado de la resina de taloil, de conformidad con la invención, o una mezcla formada por dos o por varios derivados de la resina de taloil, de conformidad con la invención, como se han descrito más arriba y, al menos, otro aditivo para la formación de una
15 preparación de resina adecuada.

Los aditivos típicos son: los ésteres de resina de colofonio, por ejemplo el éster de bálsamo de colofonio o el éster de resina de taloil, los plastificantes o los disolventes con elevado punto de ebullición o mezclas formadas por dos o por varios de los mismos.

20 Así pues, el objeto de la presente invención está constituido, también, por una preparación de resina que contiene, al menos, un derivado de la resina de taloil, de conformidad con la invención, y otro aditivo.

Una preparación de resina de conformidad con la invención contiene en este caso, al menos aproximadamente un 30% en peso de un derivado de la resina de taloil de conformidad con la invención o de una mezcla formada por dos o por varios derivados de la resina de taloil de conformidad con la invención. El límite superior del contenido de una preparación de resina de conformidad con la invención en derivado de resina de taloil, de conformidad con la invención, o de la mezcla formada por dos o por varios derivados de la resina de taloil, de conformidad con la invención, asciende aproximadamente al 85% en peso, de manera especial asciende aproximadamente al 80 o aproximadamente al 75% en peso. De manera preferente la preparación de resina de conformidad con la invención contiene desde aproximadamente un 40 hasta aproximadamente un 60% en peso de derivado de la resina de taloil de conformidad con la invención o de mezcla formada por dos o por varios derivados de la resina de taloil de conformidad con la invención.

30 Como ésteres de colofonio pueden emplearse, por ejemplo, la resina de bálsamo parcialmente esterificada o la resina de taloil parcialmente esterificada. A título de ejemplo, los ésteres de resina blanda de colofonio adecuados pueden estar carboxilados. Los compuestos adecuados han sido descritos, por ejemplo, en la publicación WO 98/56867 en las páginas 4-5. El contenido de una preparación de resina, de conformidad con la invención, en éster de resina blanda de colofonio o en mezcla formada por dos o por varios ésteres de resina blanda de colofonio está comprendido entre aproximadamente 0 y aproximadamente un 60% en peso, de manera especial entre aproximadamente un 30 y
40 aproximadamente un 55% en peso.

Los plastificantes, que son adecuados en el ámbito de la presente invención, están constituidos, de conformidad con la norma DIN 55945, por sustancias líquidas o sólidas orgánicas, indiferentes, con una baja presión de vapor. Debido a su capacidad disolvente o hinchante, éstos reducen la dureza del polímero y aumentan su poder adherente.

45 Como disolventes de elevado punto de ebullición son adecuados los compuestos inertes con un punto de ebullición en el intervalo comprendido entre 200 y 300°C. A título de ejemplo son especialmente preferentes el fenoxietanol, el fenoxipropanol, el acetato de butildiglicol.

50 Los plastificantes adecuados son, por ejemplo, los éteres que han sido citados en la publicación EP 0 490 191 al comienzo de la descripción.

De manera preferente se emplearán, a título de plastificantes, los plastificantes de ácido adípico y de ácido sebácico, los plastificantes de ácido fosfórico, los plastificantes de ácido cítrico, los ésteres de los ácidos grasos y los ésteres de los ácidos grasos epoxidados, los alcoholes grasos, el polipropilenglicol, el polietilenglicol, los benzoatos o los ftalatos o las mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

En el ámbito de la presente invención son especialmente adecuados los plastificantes aromáticos con una temperatura de ebullición a presión normal por encima de los 250°C, de manera preferente por encima de los 300°C y, de manera especialmente preferente, por encima de los 350°C.

60 Como ésteres de los ácidos grasos son adecuados, fundamentalmente, todos aquellos ésteres de los ácidos grasos que cumplan las especificaciones anteriormente citadas en lo que se refiere al punto de ebullición. A título de ejemplo son especialmente adecuados los ésteres de alquilo de los ácidos grasos con aproximadamente más de 14 o con aproximadamente más de 16 átomos de carbono, por ejemplo los ésteres de alquilo del ácido láurico, del ácido mirístico, del ácido esteárico, del ácido araquínico y del ácido behénico así como sus mezclas, como las que pueden ser obtenidas a partir de las grasas naturales o bien aceites endurecidos, tales como el sebo o el aceite de palma hidrogenado.

ES 2 295 558 T3

La parte alcohólica de los ésteres de los ácidos carboxílicos contiene un alcohol monovalente o polivalente con 1 hasta 28 átomos de carbono en la cadena hidrocarbonada. Ejemplos de los alcoholes adecuados son el metanol, el etanol, el isopropanol, el butanol, el 2-etilhexanol, el alcohol vinílico, la eritrita o la pentaeritrita. Los ésteres preferentes son aquellos del metanol, del etanol y del isopropanol, eligiéndose la parte ácida del éster de manera especial entre el ácido behénico, el ácido esteárico, el ácido oleico, el ácido palmítico y el ácido mirístico.

Como alcoholes grasos son adecuados los alcoholes de los ácidos grasos precedentemente citados, como los que pueden ser obtenidos a partir de los ácidos grasos o de sus ésteres mediante los procedimientos conocidos por el técnico en la materia.

El contenido de una preparación de resina, de conformidad con la invención, en ésteres de ácidos grasos, en ésteres de ácidos grasos epoxidados o en alcoholes grasos o en mezclas formadas por dos o varios de los mismos se encuentra, en total, comprendido entre aproximadamente 0 y aproximadamente un 30% en peso, de manera especial entre aproximadamente 0 y aproximadamente un 15% en peso.

Como aditivos especiales son adecuados, en el ámbito de la presente invención, los plastificantes y los disolventes de elevado punto de ebullición tales como el ftalato de dioctilo, el ftalato de diisononilo, el ftalato de diisodécilo, los ésteres del ácido ftálico con alcoholes preponderantemente lineales con 6 hasta 12 átomos de carbono, el ftalato de dibutilo, el ftalato de diisobutilo, el ftalato de dicitlohexilo, el ftalato de dimetilo, el ftalato de dietilo y los ésteres mixtos constituidos por el ftalato de bencil-butilo, el ftalato de butil-octilo, el ftalato de butil-decilo y el ftalato de dipentilo, el ftalato de dimetilglicol, el ftalato de dicaprilo, el dibenzoato de dietilenglicol y el dibenzoato de dipropilenglicol o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

El contenido de una preparación de resina, de conformidad con la invención, en plastificantes o en disolventes de elevado punto de ebullición o de mezclas formadas por dos o por varios de los mismos, en conjunto, está comprendido entre aproximadamente 0 y aproximadamente un 30% en peso, de manera especial entre aproximadamente 0 y aproximadamente un 15% en peso.

El contenido de los pegamentos de conformidad con la invención en la preparación de resina, de conformidad con la invención, está contenido, en el ámbito de la presente invención, entre aproximadamente un 1 y aproximadamente un 40% en peso, por ejemplo entre aproximadamente un 5 y aproximadamente un 30 o entre aproximadamente un 10 y aproximadamente un 25% en peso.

La proporción en dispersión polímera en el pegamento, de conformidad con la invención, está comprendida entre aproximadamente un 10 y aproximadamente un 99% en peso, encontrándose el contenido en materia sólida de la dispersión polímera dentro de los límites precedentemente citados.

Un pegamento, de conformidad con la invención, puede contener, además, agentes auxiliares formadores de película, agentes para la conservación, agentes desespumantes, agentes espesantes o materiales de carga o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

Como materiales de carga entran en consideración, en el ámbito de otra forma de realización de la presente invención, por ejemplo los carbonatos (especialmente el carbonato de calcio), el cuarzo molido, los silicatos (por ejemplo el talco, la arcilla, la mica), las tierras silíceas, los sulfatos tales como el sulfato de calcio o el sulfato de bario o el hidróxido de aluminio. Tales materiales de carga pueden estar contenidos en la composición soluble en agua, de conformidad con la invención, por ejemplo en una cantidad de hasta aproximadamente un 60, de manera preferente comprendida entre aproximadamente un 1 y aproximadamente un 55% en peso o comprendida entre aproximadamente un 20 y aproximadamente un 50% en peso, referido al conjunto del pegamento en dispersión.

Los materiales de carga están constituidos, de manera preferente, por materiales de carga finamente molidos, especialmente creta, con un diámetro medio de las partículas, en general, comprendido entre 2 y 10 μm . El cuarzo molido se empleará, de manera preferente, con un diámetro medio de las partículas comprendido entre 3 y 20 μm .

Como agentes desespumantes son adecuados, de manera preferente, los compuestos a base de aceites minerales o de siliconas. Como agentes espesantes se emplearán, de manera preferente, los compuestos a base de (co)polímeros del ácido (met)acrílico o derivados de la celulosa o sus mezclas. Como agentes para la conservación son adecuados los agentes para la conservación usuales, por ejemplo la benzoisotiazolinona (BIT), la clorometilisotiazolinona (CMIT) y similares.

En el ámbito de una forma preferente de realización de la presente invención, el pegamento en dispersión, de conformidad con la invención, contiene entre un 20 y un 60% en peso de una dispersión polímera acuosa, entre un 1 y un 15% en peso de una resina de taloil-colofonio carboxilada y entre un 15 y un 55% en peso de materiales de carga.

En un pegamento, de conformidad con la invención, pueden estar contenidos, de igual modo, tensioactivos aniónicos, catiónicos o anfóteros, o mezclas formadas por dos o por varios de los mismos. Ejemplos de los tensioactivos aniónicos, adecuados, son los sulfatos de alquilo, de manera especial aquellos con una longitud de la cadena comprendida entre aproximadamente 8 y aproximadamente 18 átomos de carbono, los étersulfatos de alquilo y de alcarilo con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 18 átomos de carbono en el resto hidrófobo y entre 1 y aproximadamente

ES 2 295 558 T3

10 unidades de óxido de etileno (EO) o de óxido de propileno (PO), o sus mezclas, en la parte hidrófila de la molécula, los sulfonatos, especialmente los sulfonatos de alquilo, con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 18 átomos de carbono, los sulfonatos de alquilarilo con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 18 átomos de carbono, los tauridos, los ésteres y los semiésteres del ácido sulfosuccínico con alcoholes monovalentes o con alquilfenoles con 4 hasta aproximadamente 15 átomos de carbono, que pueden estar etoxilados, en caso dado, con 1 hasta aproximadamente 20 unidades de EO, las sales alcalinas y de amonio de los ácidos carboxílicos, por ejemplo de los ácidos grasos o de los ácidos resínicos con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 32 átomos de carbono o sus mezclas, los ésteres parciales del ácido fosfórico y sus sales alcalinas y de amonio.

10 Ejemplos de los tensioactivos catiónicos son las sales de las aminas grasas primarias, secundarias o terciarias con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono con el ácido acético, con el ácido sulfúrico, con el ácido clorhídrico o con los ácidos fosfóricos, las sales cuaternarias de alquilamonio y de alquilbencenoamonio, de manera especial aquellas cuyos grupos alquilo presenten aproximadamente 6 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono, especialmente los halogenuros, los sulfatos, los fosfatos o los acetatos, o mezclas formadas por dos o varios de los mismos, las sales de alquilpiridinio, de alquilimidazolinio o de alquiloxazolidinio, especialmente aquellas cuyas cadenas alquilo presenten hasta aproximadamente 18 átomos de carbono, por ejemplo los halogenuros, los sulfatos, los fosfatos o los acetatos, o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

20 Ejemplos de los tensioactivos anfólicos son los aminoácidos substituidos, de cadena larga tales como la N-alquil-di(aminoetil)glicina o las sales del ácido N-alquil-2-aminopropiónico, la betaínas, tales como las sales de N-(3-acilamidopropil)-N,N-dimetilamonio con un resto acilo con 8 hasta 18 átomos de carbono o las betaínas de alquilimidazolio.

25 En una forma preferente de realización de la presente invención, un pegamento, de conformidad con la invención, contiene tensioactivos aniónicos. De manera especial son adecuadas en este caso las sales alcalinas, de manera especial la sal de Na de los étersulfatos de los alcoholes grasos con 12 hasta 14 átomos de carbono, los étersulfatos de alquilfenol, especialmente sus sales alcalinas o de NH₄, el n-dodecilsulfato de Na, la sal di-K del sulfonato del ácido oleico (con 18 átomos de carbono), el n-alquil-(con 10 a 13 átomos de carbono)-bencenosulfonato de Na, el 2-etilhexilsulfato de Na, el laurilsulfato de NH₄ (con 8 hasta 14 átomos de carbono), el laurilsulfato de Na (con 12 hasta 14 átomos de carbono), el laurilsulfato de Na (con 12 hasta 16 átomos de carbono), el laurilsulfato de Na (con 12 hasta 18 átomos de carbono), el cetilestearilsulfato de Na (con 16 hasta 18 átomos de carbono), el oleilcetilsulfato de Na (con 16 hasta 18 átomos de carbono), la sal di-Na del monoéster del ácido sulfosuccínico, la sal di-Na del sulfosuccinato de alcoholes grasos, la sal de Na del sulfosuccinato de dialquilo o el sulfosuccinamato de di-Na o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

35 Cuando un pegamento, de conformidad con la invención, contengan tensioactivos iónicos, éstos estarán contenidos, en una forma preferente de realización de la invención, en una cantidad de hasta aproximadamente un 5% en peso o por debajo de este valor, por ejemplo de hasta aproximadamente un 2% en peso o hasta aproximadamente un 1% en peso o por debajo de este valor, referido al conjunto del pegamento. En caso dado pueden estar contenidas también cantidades menores de tensioactivos iónicos, por ejemplo de hasta aproximadamente un 0,5% en peso o por debajo de este valor, por ejemplo hasta aproximadamente un 0,2% en peso, hasta un 0,1% en peso o hasta un 0,05% en peso.

45 En otra forma preferente de realización de la presente invención, un pegamento de conformidad con la invención, puede contener, al menos, un tensioactivo no iónico. Ejemplos de los tensioactivos no iónicos adecuados son los alquilpoliglicoléteres, preferentemente aquellos con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 20 unidades de EO y con restos alquilo con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono, los alquilarilpoliglicoléteres, de manera preferente aquellos con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 40 unidades de EO y con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 20 átomos de carbono en el resto alquilo o en el resto arilo, los copolímeros bloque de óxido de etileno/óxido de propileno (EO/PO), de manera preferente aquellos con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 40 unidades de EO o bien unidades de PO, los productos de adición de las alquilaminas con restos alquilo con aproximadamente 8 hasta aproximadamente 22 átomos de carbono con óxido de etileno o con óxido de propileno, los ácidos grasos y los ácidos resínicos con aproximadamente 6 hasta aproximadamente 32 átomos de carbono, los alquilpoliglicósidos con restos alquilo lineales o ramificados, saturados o no saturados con, en promedio, desde aproximadamente 8 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono y con un resto de oligoglicósido con aproximadamente 1 hasta aproximadamente 10 unidades de hexosa o unidades de pentosa en promedio o mezclas formadas por dos o por varios de los mismos, los productos naturales y sus derivados tales como la lecitina, la lanolina o la sarcosina, los órgano(poli)siloxanos lineales, que contienen grupos polares, de manera especial aquellos con grupos alcoxi con hasta aproximadamente 10 átomos de carbono y con hasta aproximadamente 20 grupos de EO o grupos de PO.

65 Otros tensioactivos no iónicos, adecuados, son, por ejemplo, los etoxilatos de nonilfenol, los etoxilatos de octilfenol, los etoxilatos de alcoholes grasos con 12 hasta 14 átomos de carbono, los etoxilatos de oleilcetilo, los etoxilatos de alcoholes grasos con 16 hasta 18 átomos de carbono, los etoxilatos de cetilestearilo, los triglicéridos etoxilados, el monolaurato de sorbitán, el monooleato de sorbitán, el monooleato de sorbitán-20EO, el monoestearato de sorbitán-20EO o mezclas formadas por dos o varios de los mismos.

ES 2 295 558 T3

5 Cuando los pegamentos, de conformidad con la invención, contengan tensioactivos no iónicos, éstos estarán contenidos de manera preferente, como máximo, en una cantidad de hasta aproximadamente un 5% en peso o por debajo de este valor, por ejemplo en una cantidad de hasta aproximadamente un 2% en peso o de hasta aproximadamente un 1% en peso, o por debajo de este valor, referido al conjunto del pegamento. En caso dado pueden estar contenidas también cantidades menores de tensioactivos no iónicos, por ejemplo cantidades de hasta aproximadamente un 0,5% en peso o por debajo de este valor, por ejemplo de aproximadamente un 0,2% en peso, de un 0,1% en peso o de un 0,05% en peso.

10 Para la obtención de los pegamentos, de conformidad con la invención, se mezclarán, por ejemplo, desde 5 hasta 25, de manera preferente desde 10 hasta 20 partes en peso de una preparación de resina de conformidad con la invención con 10 hasta 60, de manera preferente con 15 hasta 45 partes en peso de la dispersión polímera acuosa, de manera preferente con un contenido en materia sólida comprendido entre un 55 y un 65% en peso, y con 15 hasta 55, de manera preferente con 20 hasta 50 partes en peso de materiales de carga. Los restantes aditivos posibles juegan un papel subordinado en cuanto al peso. Los componentes pueden elaborarse para dar el pegamento en dispersión acuosa, 15 de conformidad con la invención, sin problemas, bajo las condiciones usuales (ante todo a temperaturas comprendidas entre 70 y 80°C).

20 Así pues, el objeto de la presente invención consiste también en un procedimiento para la obtención de pegamentos de conformidad con la invención, según el cual se mezcla un derivado de resina de taloil-colofonio carboxilado con una dispersión acuosa de un polímero. En el ámbito de una forma preferente de realización de la presente invención se mezclará el derivado de la resina de taloil-colofonio carboxilado en forma de una preparación de resina, de conformidad con la invención, con la dispersión acuosa de un polímero.

25 En general se preparará el pegamento en dispersión, de conformidad con la invención, de la manera siguiente: se dispone de antemano la dispersión acuosa de poliacrilato a una temperatura comprendida entre 10 y 90°C, en el dispositivo agitador y se añaden adiciones tales como los agentes desespumantes, los agentes para la conservación, los agentes espesantes, los emulsionantes y el agua así como los materiales de carga, bajo agitación. A continuación se añade en porciones o de manera continua, bajo viva agitación, la preparación de resina, de conformidad con la invención, que ha sido calentada a una temperatura comprendida entre 70 y 100°C. A continuación se regula la viscosidad 30 mediante la adición de agentes espesantes o bien de agua.

35 El pegamento en dispersión, de conformidad con la invención, es adecuado, de manera especial, como pegamento para el pegado de substratos de material sintético, de madera, de metal, de materiales textiles constituidos por fibras tejidas y/o por fibras no tejidas. Es adecuado, de manera especial, como pegamento para suelos, de manera especial para el pegado de recubrimientos para suelos sobre bases de madera, de material sintético o, de manera especial, sobre bases minerales, tales como solados, hormigón, masas niveladoras cementosas o masas niveladoras a base de yeso o baldosas cerámicas.

40 El pegamento de conformidad con la invención es muy especialmente adecuado como pegamento para suelos destinado a alfombras u otros recubrimientos para suelos, por ejemplo de PVC (en realizaciones como recubrimientos con varias capas o recubrimientos homogéneos), para recubrimientos con materiales en forma de espuma con un lado inferior de material textil (por ejemplo de yute), para vellones de poliéster, para recubrimientos de goma, para recubrimientos con materiales textiles, por ejemplo incluso con una presentación diferente en el lado posterior (tal como espuma de poliuretano, espuma de estireno-butadieno, con lado posterior secundario textil), para recubrimientos 45 de suelos constituidos por fieltro punzonado, para recubrimientos de poliolefina o para recubrimientos de linóleo, sobre soportes tales como madera, solado, hormigón, baldosas cerámicas, soportes metálicos, masas niveladoras cementosas o masas niveladoras a base de yeso o baldosas cerámicas o similares.

50 El pegamento de conformidad con la invención puede aplicarse por ejemplo con una regleta dentada sobre el soporte. Tras la ventilación usual se aplica el recubrimiento para el suelo. El pegamento de conformidad con la invención presenta un buen nivel de propiedades de aplicación industrial tales como resistencia a la peladura, resistencia a la cizalla, la capacidad de curado en húmedo, la capacidad de manipulación en seco y la estabilidad al calor.

55 De acuerdo con el campo de aplicación, el pegamento en dispersión acuoso, a base de poliacrilato, de conformidad con la invención, debería cumplir diversas exigencias. Para el pegado de recubrimientos para el suelo son significativos los siguientes índices del pegamento: la viscosidad según Brookfield HBT, husillo 4, 20 revoluciones/minuto (ISO2555) debería ser mayor que 15.000, de manera preferente debería ser mayor que 18.000 hasta un máximo de aproximadamente 40.000, de manera especial comprendida entre aproximadamente 20.000 y aproximadamente 60 30.0000 mPa*s.

El poder adherente inicial (pegajosidad) debería ser mayor que 3 (nota), de manera preferente debería ser mayor que 2 (nota).

65 El tiempo de fraguado debería ser mayor que 15, de manera preferente mayor que 20 hasta un máximo de 40 minutos. Un tiempo de fraguado por debajo de 10 minutos es considerado insuficiente.

ES 2 295 558 T3

Los pegamentos en dispersión, de conformidad con la invención, cumplen estos requisitos y se caracterizan, de igual modo, por medio de una buena capacidad de extensibilidad con cepillo (reología) y una resistencia final extraordinariamente elevada. De igual modo tienen un grado de emisión claramente pequeño, lo cual puede establecerse también por medio del olor notablemente menor y que puede ser determinado, de manera especial, en cámaras de ensayo adecuadas.

El pegamento, de conformidad con la invención, es adecuado de manera especialmente buena para el pegado de recubrimientos para suelos debido a sus excelentes propiedades. Para ello se aplica, por ejemplo, con una regleta dentada sobre el soporte. Tras la ventilación usual se aplica el revestimiento del suelo.

La invención se explicará ahora en detalle por medio de ejemplos.

Ejemplos

1. Obtención de una resina de taloíl-colofonio carboxilada

Se calentaron 1.000 g de resina de taloíl (punto de fusión: 66°C, índice de acidez: 168 mg de KOH/g) a 200°C y, a continuación, se añadieron a la fusión 40 g de ácido fumárico. La mezcla de la reacción, obtenida de este modo, se siguió calentado hasta una temperatura de 215°C y se mantuvo a esta temperatura durante un período de tiempo de 80 minutos. A continuación se enfrió hasta una temperatura de 155°C y se añadieron a la mezcla de la reacción 1 g de 4,4'-tiobis(3-metil-6-terc.-butilfenol) y 2 g de yodo. La mezcla de la reacción se mantuvo a la temperatura citada en último lugar durante un período de tiempo de 30 minutos. A continuación se calentó hasta una temperatura de 250°C. A esta temperatura se añadieron 30 g de glicerina y la mezcla de la reacción se mantuvo a esta temperatura durante un período de tiempo de 110 minutos. A continuación se enfrió hasta una temperatura de 215°C y la mezcla de la reacción se combinó con 20 g de trietanolamina. Al cabo de 60 minutos a 215°C se retiró del recipiente de la reacción el producto sin otra elaboración. El producto de la reacción tenía un punto de reblandecimiento de 50°C y un índice de acidez de 115 mg de KOH/g.

2a. Receta básica para una preparación de resina de conformidad con la invención

i)	Plastificante	15 % en peso
ii)	Resina de taloíl-colofonio carboxilada procedente del ejemplo 1	50 % en peso
iii)	Éster de trietilenglicol de la resina de taloíl	35 % en peso

2b. Obtención de una preparación de resina de conformidad con la invención

El plastificante se dispuso en un dispositivo de agitación y se calentó a 90°C. A continuación se añadió bajo agitación la resina de taloíl-colofonio carboxilada, que había sido calentada a 90°C. Esta mezcla se combinó, a continuación, con el éster de trietilenglicol de la resina de taloíl, calentado a 60°C y se efectúa una homogeneización mediante agitación a 90°C durante otros 20 minutos.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 295 558 T3

3. Receta básica para un pegamento para recubrimientos de PVC, basado en agua

TABLA 1

Nr. de orden	Componentes	Proporción (% en peso)
1.	Dispersión de copolímero de acrilato de butilo con una concentración en materia sólida del 62 % en peso	28,3
2.	Agente desespumante, a base de silicona	0,04
3.	Agente para la conservación, Kathon	0,10
4.	Espesante (tipo de la hidroxietilcelulosa)	0,20
5.	Emulsionante (tipo de poliglicoléter de alcoholes grasos)	1,00
6.	Agua	6,00
7.	Polipropilenglicol, peso molecular 1.000	2,00
8.	Creta, amorfa (0 - 50 μm)	29,40
9.	Creta, cristalina (0 - 20 μm)	13,20
10.	Preparación de resina (2b)	13,90
11.	Espesante (tipo ácido poliacrílico)	0,50
12.	Agua	5,36

Para la obtención de un pegamento, de conformidad con la invención, se dispuso en el recipiente mezclador 1 (número de orden de la tabla 1) y se agitó. A continuación se añadieron, bajo agitación, 2 y 3 y se homogeneizó la mezcla. Se mezcló 4, en un recipiente independiente, con 5 y a continuación se añadieron al recipiente mezclador. La mezcla se agitó cuidadosamente en el recipiente mezclador. A continuación se añadieron 6, 7, 8 y 9 y la mezcla se agitó suavemente. A continuación se añadió, bajo viva agitación, la preparación de resina 10, calentada a 80°C, la carga se homogeneizó y se combinó con 11. La viscosidad se ajustó mediante la adición subsiguiente de 12.

Con fines comparativos se utilizó un pegamento para suelos según la publicación WO 98/56867 (ejemplo 2a).

(Tabla pasa a página siguiente)

Tabla 2:

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Según la invención
Tipo de preparación de resina	Mezcla de resina procedente de la publicación WO 98/56867	Preparación de resina procedente de la publicación DE19831000C1	Mezcla de resina con resina de taloíl carboxilada
Contenido en VOC	> 0,2 % en peso	> 0,1 % en peso	< 0,1 % en peso
Empleo en pegamento para suelos destinado a:	Recubrimiento de PVC	Recubrimiento de PVC	Recubrimiento de PVC
Aptitud a la incorporación	Bueno	Bueno	Bueno
Aptitud a la extensión con cepillo/reología	Bueno	Bueno	Bueno
Pegajosidad en húmedo	Muy bueno	Muy bueno	Bueno
Tiempo de fraguado	Bueno	Moderadamente Bueno	Bueno

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Según la invención
Tipo de preparación de resina	Mezcla de resina procedente de la publicación WO 98/56867	Preparación de resina procedente de la publicación DE19831000C1	Mezcla de resina con resina de taloil carboxilada
Contenido en VOC	> 0,2 % en peso	> 0,1 % en peso	< 0,1 % en peso
Resistencia al despellejado (EN 1372)	Bueno	bueno	Muy bueno
Resistencia a la cizalla (EN 1373)	Muy bueno	Malo	Muy bueno
Olor de la resina	Apreciable	Apreciable	Muy bajo

ES 2 295 558 T3

4. Descripción de los métodos de ensayo

Aptitud a la incorporación de la fusión de resina aptitud a la extensión con cepillo

- 5 Los parámetros se evalúan durante los ensayos de laboratorio de manera subjetiva según notas escolares que se atestiguan por medio de ensayos prácticos.

Pegajosidad/tiempo de fraguado Descripción del método

- 10 Se aplica el pegamento a ser ensayado con una regleta dentada A3 sobre una placa de madera aglomerada que ha sido previamente pintada y que ha sido emplastecida con una masa niveladora cementosa (1.000 x 180 x 10) mm (tiras de pegamento transversalmente con respecto a la dirección longitudinal de la placa) y se pone en marcha el cronómetro.

- 15 Al cabo de 10 minutos y a intervalos de 5 minutos se aplica respectivamente una tira de revestimiento de PVC (200 x 45) mm en el pegamento y se lamina con un cilindro de compresión de 3,5 kg.

- 20 Inmediatamente se despelleja de nuevo a mano el recubrimiento y se evalúa el poder adherente en húmedo (pegajosidad) según notas escolares. De igual modo se determina la humectación del lado posterior del recubrimiento con pegamento.

Se anota la pegajosidad máxima alcanzada durante todo el ensayo.

- 25 El final del tiempo de fraguado puede reconocerse por una clara caída de la humectación. En el caso de los buenos pegamentos para recubrimientos de PVC es de esperar un tiempo de fraguado de 30 minutos aproximadamente. Se considera insuficiente un tiempo de fraguado menor que 15 minutos.

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 295 558 T3

REIVINDICACIONES

5 1. Pegamento en dispersión acuoso, con un bajo grado de emisiones, que contiene agua y un polímero dispersable en agua, conteniendo el pegamento en dispersión una resina de taloil-colofonio carboxilada, que puede ser obtenida mediante la reacción de la resina de taloil con un ácido carboxílico olefínicamente insaturado, adición de un agente desproporcionador, esterificación con un poliol y adición de un agente para la neutralización.

10 2. Pegamento en dispersión según la reivindicación 1, **caracterizado** porque contiene desde un 20 hasta un 60% en peso de una dispersión polímera acuosa, desde un 1 hasta un 15% en peso de una resina de taloil-colofonio carboxilada y desde un 15 hasta un 55% en peso de materiales de carga.

3. Pegamento en dispersión según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque contiene un plastificante.

15 4. Pegamento en dispersión según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque como plastificante contiene el dibenzoato de dietilenglicol o el dibenzoato de dipropilenglicol.

20 5. Pegamento en dispersión según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque contiene la resina de taloil-colofonio carboxilada en una cantidad comprendida entre un 1 y un 30% en peso, referido al conjunto del pegamento.

25 6. Pegamento en dispersión según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque la resina de taloil-colofonio carboxilada está contenida en una cantidad comprendida entre un 2 y un 20% en peso, referido al conjunto del pegamento.

30 7. Pegamento en dispersión según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque contiene menos de un 1% en peso, referido al conjunto del pegamento, de compuestos orgánicos volátiles con un punto de ebullición por debajo de 150°C.

35 8. Procedimiento para la obtención de un pegamento según una de las reivindicaciones 1 a 7, según el cual se mezcla una resina de taloil-colofonio carboxilada con una dispersión acuosa de un polímero.

40 9. Empleo del pegamento en dispersión según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7 para el pegado de recubrimientos para suelos.

35

40

45

50

55

60

65