

14



PATENTE DE INVENCION

Caso No. A-55476.

361679

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. S.
CLASE <u>C</u> <u>09</u>
*SUBCLASE <u>J</u>

Memoria Descriptiva
sobre:

Procedimiento para la preparaci3n de una composi-
ci3n adhesiva termopl3stica .

Solicitante:

UNITED STATES STEEL CORPORATION, entidad norteameri-
cana, residente en 525 William Penn Place,
Pittsburgh, Estado de Pensilvania, EE. UU. de A.

Este invento se refiere a adhesivos termo-
pl3sticos o "fundidos calientes" que, en estado ca-
liente, se aplican con facilidad a substratos que
se hayan de adherir. y que, al enfriarse, se solidi-
fican y alcanzan una plena resistencia o solidez.

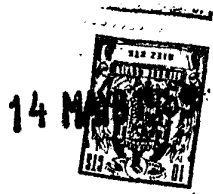
5.



- Las uniones presentan elevadas resistencias a la tensión cortante y al desprendimiento dentro de amplios límites de temperatura y se pueden obtener donde las superficies están relativamente sucias.
5. De un modo más particular, el invento se refiere a una composición que comprende un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo y un polímero mixto de etileno que contiene grupos carboxilos reactivos, con o sin la adición de resina de alquitrán de hulla.
10. La composición puede modificarse añadiendo los materiales normales de relleno.

- Hasta ahora se han añadido resinas termoplásticas a una resina de alquitrán de hulla con el fin de sacar ventaja de su bajo costo y duración y para vencer su debilidad mecánica, fragilidad y adherencia deficiente. Algunas resinas, como el polietileno, pueden poseer de por sí muchas propiedades deseables pero tienen la dificultad de no adherirse fuertemente a los metales y otros substratos. En general, los adhesivos de gran resistencia a la tracción disponibles actualmente son costosos y exigen que las superficies del substrato, especialmente las superficies metálicas, se limpien cuidadosamente. Muchos adhesivos pierden su fuerza adherente en ciertas condiciones del medio ambiente de elevada o baja temperatura, o elevado grado de humedad o por el ataque de las bacterias.
- 15.
- 20.
- 25.

- Nuestro invento comprende composiciones en peso comprendido entre un 0 % y un 75 %, aproximadamente, de resina de alquitrán de hulla, entre
- 30.



un 5 % y un 99 % de un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo, y entre un 1 % y un 95 % en peso de un polímero mixto de etileno y un ácido carboxílico estilénicamente insaturado que contiene de 3 a 8 átomos de carbono. A esta composición se puede añadir hasta un 40 % en peso; aproximadamente, de los materiales de relleno normales de tipo comercial.

Las ventajas que ofrecen las composiciones del invento sobre los adhesivos termoplásticos de técnicas anteriores comprenden:

1. Elevadas resistencias a la tensión cor tante y al desprendimiento a temperaturas comprendi das entre -40°C y $62,7^{\circ}\text{C}$.
2. Una mejora en resistencia a la humedad y al ataque bacteriano.
3. Menor sensibilidad a las superficies su cias.
4. Menores presiones de extrusión durante la preparación de las composiciones.

Una resina o brea apropiada para los fi nes del invento es la que se deriva del alquitrán del carbón de hulla. Las resinas o breas de alqui trán útiles son aquellas comprendidas entre puntos de reblandecimiento de anillo y bola de unos 70°C a unos 200°C , siendo la gama preferida la comprendida entre unos 100°C y unos 150°C .

Los polímeros mixtos de etileno con áci dos carboxílicos insaturados, idóneos para los fi nes de este invento son de tipo conocido. En la pa tente de Grahán et al No. 3.132.120, concedida el



5 de mayo de 1964, se describe un método para la preparación de polímeros mixtos. El componente de ácido carboxílico etilénicamente insaturado de la resina comprende ácido monocarboxílico o dicarboxílico con 3 a 8 átomos de carbono, como es el ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etacrílico, ácido fumárico, ácido maléico, ácido itacónico, ácido crotónico y otros similares. Los polímeros mixtos útiles pueden variar en índice de fusión de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 400, siendo la escala preferida la comprendida entre 5 y 40 aproximadamente. El contenido de ácido de los polímeros mixtos útiles puede oscilar entre un 0,1 % y un 75 % en peso, aproximadamente, del peso del polímero mixto. La escala de contenido de ácido de los polímeros mixtos disponibles en mercado con ácido acrílico se encuentra comprendida entre un 0,1 % y un 40% del peso del polímero. La gama preferida de contenido de ácido de éste es la comprendida entre un 2 % y un 20 %, aproximadamente, porque por encima del 20 % los productos aumentan en cristalinidad. En la clasificación anterior, los polímeros mixtos útiles disponibles en mercado de etileno-ácido comprenden el ZETAFIN QX 3623.24, producidos por la Dow Chemical Company; EAA 9000, 9300 y 9320, producidos por la Union Carbide Corporation; y EMA 22, producido por la Monsanto Company.

Ya se conocen los polímeros mixtos de etileno-acetato de vinilo. En la patente de Perrin et al No. 2.208.429, concedida el 14 de mayo de 1940,



- se describe un procedimiento para su preparación. Son polímeros mixtos útiles aquellos que tienen un contenido de acetato de vinilo comprendido entre un 5 % y un 50 % en peso, preferiblemente entre un 15% y un 40 % en peso. Los polímeros mixtos útiles son aquellos que tienen un índice de fusión del orden de 0,2 a 500, preferiblemente entre 0,5 y 175 aproximadamente. En la clasificación anterior, los polímeros mixtos útiles de etilenoacetato de vinilo comprenden el ELVAX 40, 150, 210 220, 240, 250, 260, 310, 350, 360, 420, 460 y EP 3710, producidos por E.I. DuPont de Nemours & Co.; y Co-MER EVA 303, 305, 308, 501, 505 y 508, producidos por la Union Carbide Corporation.
5. Se ha descubierto que los amplios límites de una composición adhesiva comprenden en porcentaje en peso de un 0 % a un 75 % de resina de alquitrán de hulla, de un 5 % a un 99 % de un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo, y de un 1 % a un 95 % de un polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de dos componentes de polímeros mixtos comprende, en peso, de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de acetato de vinilo-etileno y de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de tres componentes comprende, en peso, de un 25 % a un 50 % de resina órea, entre un 20 % y un 40 % de polímero mixto de etileno-acetato de vinilo y de un 20 % a un 40 % de polímero mixto de etileno-ácido.
10. Se ha descubierto que las composiciones
15. Se ha descubierto que los amplios límites de una composición adhesiva comprenden en porcentaje en peso de un 0 % a un 75 % de resina de alquitrán de hulla, de un 5 % a un 99 % de un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo, y de un 1 % a un 95 % de un polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de dos componentes de polímeros mixtos comprende, en peso, de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de acetato de vinilo-etileno y de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de tres componentes comprende, en peso, de un 25 % a un 50 % de resina órea, entre un 20 % y un 40 % de polímero mixto de etileno-acetato de vinilo y de un 20 % a un 40 % de polímero mixto de etileno-ácido.
20. Se ha descubierto que las composiciones
25. Se ha descubierto que los amplios límites de una composición adhesiva comprenden en porcentaje en peso de un 0 % a un 75 % de resina de alquitrán de hulla, de un 5 % a un 99 % de un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo, y de un 1 % a un 95 % de un polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de dos componentes de polímeros mixtos comprende, en peso, de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de acetato de vinilo-etileno y de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de etileno-ácido. De preferencia, una composición de tres componentes comprende, en peso, de un 25 % a un 50 % de resina órea, entre un 20 % y un 40 % de polímero mixto de etileno-acetato de vinilo y de un 20 % a un 40 % de polímero mixto de etileno-ácido.
30. Se ha descubierto que las composiciones



- anteriores, entre otras propiedades mejoradas, han demostrado mejoras inesperadamente notables respecto a resistencia al desprendimiento sobre las composiciones disponibles en el mercado. Se llevaron a
5. cabo pruebas comparativas de las resistencias al desprendimiento a 22,7°C según el Método ASTM D903-49. Con un 100 % de ZETAFIN QX 3623.7 (polímero mixto de etileno-ácido) y con un 100 % de ELVAX 260 (polímero mixto de etileno-acetato de vinilo)
10. los kilogramos de tracción por centímetro de ancho de unión fueron iguales, o sea, 6,24. Con un 40 % de brea y un 60 % de ELVAX 260, en peso, los Kg/cm fueron 53,57. Cuando se incluyó tan solo un 1 % en peso de ZETAFIN QX 3623,7 en la última composición
15. de dos componentes, hubo una disminución de presión de extrusión, dando por resultado una más fácil elaboración así como otras ventajas y beneficios. Se descubrió que cuando se aumentaba el porcentaje de ZETAFIN QX 3623,7, la resistencia al desprendimiento
20. de la composición aumentaba hasta alcanzar 16,07 kg/cm con una composición que comprendía un tercio de cada, en peso, de brea, ZETAFIN QX 3623,7 y ELVAX 260. Es evidente que a pesar de que una composición de brea-ELVAX 260 tiene buenas propiedades
25. adhesivas, en cierto modo similares a las de los polímeros mixtos por separado, se descubren propiedades inesperadamente mejoradas o energéticas añadiendo un polímero mixto de etileno-ácido a una composición de dos componentes que comprenda brea y un polímero mixto de etileno-acetato de vinilo. Además
30. de esta mejora inesperada y sobresaliente, las com-



posiciones ofrecen otras ventajas y beneficios que se expondrán más adelante.

- Se ha descubierto también que las composiciones anteriores pueden hacerse con un costo más bajo o con propiedades mejoradas añadiendo a las mismas los materiales de relleno normales de tipo comercial, en las cantidades acostumbradas. Estos pueden comprender el silicato de aluminio, talco, aluminio en polvo y polvo precipitador, producto de una planta de elaboración del acero que se compone principalmente de óxido de hierro. En líneas generales, se puede añadir hasta un 40 % en peso, aproximadamente, de un material de relleno finamente dividido, preferiblemente hasta un 20 %, aproximadamente, del peso de la composición total.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- Se comprenderá el invento en su totalidad por los ejemplos típicos siguientes del procedimiento que indican la forma en que se elaboran las composiciones y dan algunas de las propiedades de las mismas. Las propiedades indicadas se determinaron por métodos normales ASTM, más en particular, D1002-53T (resistencia a la tensión cortante) y D903-49 (resistencia al desprendimiento).
- 20.

EJEMPLOS 1-6

- 25. El ZETAFIN QX 3623,7 es un polímero mixto disponible en el mercado de etileno y ácido acrílico. Tiene un contenido de ácido de aproximadamente un 6,8 % en peso y un índice de fusión de aproximadamente 5, El ELVAX 260 es un polímero mixto disponible en mercado de etileno y acetato de vinilo. Tie-
- 30.



ne un contenido de acetato de vinilo de aproximadamente el 28 % y un índice de fusión de aproximadamente 6.

- En el ejemplo, se mezclaron en partes o porcentajes en peso iguales ZETAFIN QX 3623,7, ELVAX 260 y una brea o resina de alquitrán de hulla que tenía un punto de reblandecimiento de anillo y bola de aproximadamente 150°C, por espacio de 20 minutos en una mezcladora de doble pared y después se alimentó a una extruidora precalentada a una temperatura comprendida entre 115,6 y 148,8°C. Se utilizaron husillos dosificadores que tenían una relación de longitud a diámetro de 24 a 1 y una proporción de compresión entre 3:1 y 4:1 aproximadamente. La mezcla se extruyó en forma de película de 0,25mm de grosor y se prepararon con la misma muestras para experimentación. En los ejemplos 2-5, se variaron las proporciones de una resina o brea similar. Las resistencias a la tensión cortante y desprendimiento resultaron apreciablemente menores solamente después de haberse llegado a emplear un 60 % de brea. Comparando los Ejemplos 1 y 6, en los que se emplearon breas o resinas de 150°C y 110°C, respectivamente, los resultados experimentales fueron algo menores, en general, en el Ejemplo 6. Los resultados obtenidos se indican en la Tabla 1.



		<u>TABLA 1</u>					
<u>Componentes</u>		<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.2</u>	<u>Ejem.3</u>	<u>Ejem.4</u>	<u>Ejem.5</u>	<u>Ejem.6</u>
<u>Peso por ciento</u>							
Brea de 150°C		33-1/3	40	40	50	60	--
Brea de 110°C		--	--	--	--	--	33-1/3
ZETAFIN QX 3623,7		33-1/3	20	40	25	20	33-1/3
ELVAX 260		33-1/3	40	20	25	20	33-1/3
<u>Propiedades</u>							
Resistencia a la tensión cortante kg/cm							
a -- 40°C		182,8	239,0	193,3	193,3	56,2	169,8
22,8°C		91,4	84,4	98,4	63,2	544,9	70,3
62,8°C		14,0	35,1	35,1	14,0	21,0	123,0
Resistencia al desprendimiento (180 grados).							
kg/cm a -- 40°C		3,1	1,4	2,1	2,8	1,7	2,8
22,8°C		6,3	3,8	4,2	5,6	2,4	5,6
62,8°C		2,4	2,4	1,7	1,7	1,7	2,1

EJEMPLOS 7-11

Se repitió el Ejemplo 1 como Ejemplos 7-11 para ilustrar el efecto en la composición de un cambio en el polímero mixto de etileno-ácido. Los resultados se indican en la Tabla 2, habiéndose añadido los resultados del Ejemplo 1 para comparación. De un modo más particular, el ZETAFIN QX 3623.7 se substituyó por ZETAFIN QX 3623.24, EAA 9300, EAA 9000, EAA 9320 y EMA 22 en los Ejemplos 7-11 respectivamente. El ZETAFIN QX 3623.24 es un polímero mix



- to de etileno-ácido acrílico que tiene un contenido de ácido de aproximadamente el 6,8 % y un índice de fusión de aproximadamente 40: El EAA 9300 es un polímero mixto de etileno-ácido acrílico que tiene un
5. contenido de ácido de aproximadamente un 20 % y un índice de fusión de aproximadamente 50. El EAA 9000 es un polímero mixto de etileno-ácido acrílico, que tiene un contenido de ácido de aproximadamente un 14 % y un índice de fusión de aproximadamente 5.
10. El EAA 9320 es un polímero mixto de etileno-ácido acrílico que tiene un contenido de ácido de aproximadamente el 16 % y un índice de fusión de aproximadamente 50. El EMA 22 es un polímero mixto de etileno-ácido maléico, que tiene un contenido de ácido de
15. aproximadamente el 70 %. Las resistencias a la tensión cortante y desprendimiento de los ejemplos respectivos variaron algo entre sí pero no en un grado notable, a excepción del Ejemplo 11. Aún en el Ejemplo 11, la resistencia al desprendimiento a 22,7°C
20. de 30 era la misma que en una composición de dos componentes de brea o resina y un polímero mixto de etileno-acetato de vinilo.

TABLA 2

Componentes

<u>Porcentaje en peso</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.7</u>	<u>Ejem.8</u>	<u>Ejem.9</u>	<u>Ejem.10</u>	<u>Ejem.11</u>
Brea de 150°C	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3
ZETAFIN QX 3623,7	33-1/3	--	--	--	--	--
ZETAFIN QX 3623,24	--	33-1/3	--	--	--	--



<u>Porcentaje en peso</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.7</u>	<u>Ejem.8</u>	<u>Ejem.9</u>	<u>Ejem.10</u>	<u>Ejem.11</u>
EAA 9300	--	--	33-1/3	--	--	--
EAA 9000	--	--	--	33-1/3	--	--
EAA 9320	--	--	--	--	33-1/3	--
EMA 22	--	--	--	--	--	33-1/3
ELVAX 260	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3

Propiedades

Resistencia a la tensión cortante

kg/cm a -40°C	182,8	232,0	210	188,4	112,5	--
22,8 $^{\circ}\text{C}$	91,4	94,9	91,4	66,0	57,9	33,3
62,8 $^{\circ}\text{C}$	10,06	31,6	30,9	5,9	1,05	--

Resistencia al desprendimiento (180 grados)

kg/cm a -40°C	3,1	2,4	4,2	2,8	2,8	--
22,8 $^{\circ}\text{C}$	6,3	4,2	4,8	3,4	3,4	2,1
62,8 $^{\circ}\text{C}$	2,4	2,4	2,1	1,4	1,4	--

EJEMPLOS 12-14

- Se repitió el Ejemplo 1 como Ejemplos 12-14, para ilustrar el efecto en la composición de un cambio en los polímeros mixtos de etileno-acetato de vinilo. Los resultados se indican en la Tabla 3, habiéndose incluido los resultados del Ejemplo 1 para comparación. De un modo más particular, el ELVAX 260 se sustituyó por ELVAX 360, 460 y EP 3710 en los Ejemplos 12-14, respectivamente. ELVAX 360



5. tiene un contenido de acetato de vinilo de aproximadamente el 25 % y un índice de fusión de aproximadamente 2. El ELVAX 460 tiene un contenido de acetato de vinilo de aproximadamente el 18 % y un índice de fusión de aproximadamente 2,5. El ELVAX EP 3710 tiene un contenido de acetato de vinilo de aproximadamente 9,5 % y un índice de fusión de aproximadamente 0,8. Las resistencias a la tensión cortante y al desprendimiento de los ejemplos respectivos variaron algo unas de otras.

TABLA 3

Componentes

<u>Peso por ciento</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.12</u>	<u>Ejem.13</u>	<u>Ejem.14</u>
Brea 150°C	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3
ZETAFIN QX 3623,7	33-1/3	33-1/3	33-1/3	33-1/3
ELVAX 260	33-1/3	--	--	--
ELVAX 360	--	33-1/3	--	--
ELVAX 460	--	--	33-1/3	--
ELVAX 3710	--	--	--	33-1/3

Propiedades

Resistencia a la tensión cortante

kg/cm a -- 40°C	182,8	274,2	182,8	--
22,8°C	91,4	112,5	91,4	98,4
62,8°C	10,04	70,3	17,4	--

Resistencia al desprendimiento (180 grados)

kg/cm a -- 40°C	3,1	3,8	3,1	--
22,8°C	6,3	4,8	5,6	4,2
62,8°C	2,4	3,8	2,4	--



1369

EJEMPLOS 15-21

Utilizando la composición del Ejemplo 1, estos ejemplos ilustran que se pueden obtener resultados relativamente buenos de resistencia al desprendimiento a 22,7°C cualquiera que sea la preparación de la superficie de substrato de acero al carbono laminado en frío o acero galvanizado. Se hace observar que en todos los substratos de acero galvanizado, la adherencia era suficiente para causar la deslaminación del recubrimiento de cinc de la base de acero. Los resultados se indican en la Tabla 4.

TABLA 4

Ejemplos	Preparación de la superficie	Acero al carbono no laminado en frío	Acero Galvanizado
15 y 16	Según salió de laminadora	40	70
17 y 18	Frotada con un paño mojado en acetona	50	80
19 y 20	Desengrasada al vapor	90	80
21	Limpiada con producto abrasivo de limpieza	80	--

EJEMPLOS 22-25

Se repitió el Ejemplo 1 como Ejemplos 22-25 para ilustrar el efecto en la composición (iguales pesos por ciento de los componentes del Ejemplo 1) añadiendo en la misma materiales de relleno norma



les en diversas cantidades. Los resultados se registran en la Tabla 5, habiéndose incluido los resultados del Ejemplo 1 para comparación. De un modo más particular, en el Ejemplo 22 se empleó silicato de aluminio, Grado ASP 400, en un 20 % del peso de la composición, siendo el resto porcentajes iguales en peso (26-2/3 %) de brea de 150°C, ZETAFIN QX 3623,7 y ELVAX 260. Algunos de los resultados de resistencia a la tensión cortante fueron algo mejores y algunos de los resultados de resistencia al desprendimiento fueron algo más deficientes que los resultados obtenidos en el Ejemplo 1. En el Ejemplo 23, el material de relleno representaba una mezcla de un 20 % de silicato de aluminio y un 2 % de polvo de aluminio. Los resultados de las pruebas fueron en parte iguales al Ejemplo 22. En el Ejemplo 24, se empleó polvo precipitador de laminación de acero, principalmente óxido de hierro, en un 11 % del total de la composición. Los resultados de la prueba fueron aproximadamente los mismos que en los Ejemplos 22 y 23, a excepción de que la resistencia al desprendimiento fué algo más deficiente a - 40°C. En el Ejemplo 25, el 30 % de la composición estaba representado por talco, siendo los resultados casi similares a los obtenidos con otros materiales de relleno.

TABLA 5

<u>Componentes</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.22</u>	<u>Ejem.23</u>	<u>Ejem.24</u>	<u>Ejem.25</u>
<u>Peso por ciento</u>					
Brea 150°C	33-1/3	26-2/3	26	29-2/3	23-1/3



<u>Peso por ciento</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.22</u>	<u>Ejem.23</u>	<u>Ejem.24</u>	<u>Ejem.25</u>
ZETAFIN QX 3623,7	33-1/3	26-2/3	26	29-2/3	23-1/3
ELVAX 260	33-1/3	26-2/3	26	29-2/3	23-1/3
Material de relleno	--	ASP400-20	ASP400-20	Polvo Polvo de Precipi aluminio tador-11 -2	Talco-30

Propiedades

Resistencia a la ten
sión cortante

kg/cm a -40°C	183,8	193,3	207,4	182,8	215,0
22,8°C	91,4	105,5	102,0	98,4	87,9
62,8°C	14,0	14,0	19,3	17,5	31,6

Resistencia al despren
dimiento (180 grados)

kg/cm a -40°C	3,1	2,8	1,4	0,3	3,1
22,8°C	6,3	4,2	3,8	5,6	3,8
62,8°C	2,4	2,4	2,1	2,8	2,1

20. EJEMPLOS 26-28

Se repitió el Ejemplo 1 como Ejemplos 26-28 para ilustrar los resultados inesperados obtenidos con una composición de dos componentes de un polímero mixto de etileno-acetato de vinilo y un polí

25. mero mixto de etileno-ácido, comparado con los resultados obtenidos con los polímeros mixtos por separado. Los resultados obtenidos se indican en la Tabla 6, habiéndose incluido los resultados del Ejemplo 1 para comparación. De un modo más particular,

30. se experimentó en el Ejemplo 26 composición 100 %



de ELVAX 260, en el Ejemplo 27 se experimentó composición 100 % de ZETAFIN QX 3623,7 y un 50 % en peso de cada una en una composición de dos componentes en el Ejemplo 28. Puesto que es esencial una elevada resistencia al desprendimiento, los resultados de la composición del Ejemplo 28, a las tres temperaturas, fueron inesperadamente mayores que los resultados de resistencia al desprendimiento correspondientes a los Ejemplos 26 y 27. Lo imprevisto de las propiedades obtenidas con la composición de dos componentes polímeros comparada con los resultados obtenidos con los polímeros por separado se refleja en las diversas propiedades de resistencia al esfuerzo cortante en pliegue. Según se indicó anteriormente, la composición de tres componentes del Ejemplo 1 poseía propiedades de resistencia al desprendimiento inesperadamente mayores a las tres temperaturas que las obtenidas con la composición de dos componentes del Ejemplo 28 y las composiciones de un solo componente de los Ejemplos 26 y 27.

TABLA 6

<u>Componentes</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.26</u>	<u>Ejem.27</u>	<u>Ejem.28</u>
Brea de 150°C	33-1/3	--	--	--
ZETAFIN QX 3623,7	33-1/3	--	100	50
ELVAX 260	33-1/3	100	--	50



Propiedades

<u>Peso por ciento</u>	<u>Ejem.1</u>	<u>Ejem.26</u>	<u>Ejem.27</u>	<u>Ejem.28</u>
<u>Resistencia a la tensión cortante</u>				
kg/cm a -40°C	182,8	228,5	203,9	200,4
22,8°C	91,4	52,7	120,9	87,9
62,8°C	10,00	8,8	50,9	14,0
<u>Resistencia al desprendimiento (180 grados)</u>				
kg/cm a -40°C	3,1	0,2	1,4	1,7
22,8°C	6,3	2,4	2,4	3,8
62,8°C	2,4	1,4	0,3	1,7

Es evidente por lo expuesto que nuestro in-

15. vento proporciona composiciones adhesivas deseables. Pese a que estas composiciones son principalmente adhesivas, son asimismo útiles como recubrimientos protectores, para moldeo, extrusión y películas. Los productos de moldeo, extrusión y películas pueden

20. prepararse según las prácticas normales de extrusión. La resistencia a la humedad de los adhesivos se demostró sumergiendo muestras para prueba de desprendimiento ASTN D-903 en agua a 22,7°C por espacio de 28 días. Al final de este período no se detectó pérdida alguna de resistencia al desprendimiento con

25. substratos de acero al carbono, acero inoxidable y acero galvanizado. Con estos adhesivos, la resistencia de la resina o brea a la degradación microbiana no se vio disminuida por la adición de polímero mix-

30. to.



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 21 de diciembre de 1.967 y bajo el número Ser. No. 692.295; acogíendose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituya la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: Procedimiento para la preparación de una composición adhesiva termoplástica ; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la preparación de una composición adhesiva termoplástica, caracterizado porque comprende de un 0 % a un 75 % en peso de una brea de alquitrán de hulla, mezclar con un 5 % a un 99 % de un polímero mixto de etileno y acetato de vinilo, y con un 1 % a un 95 % de un polímero mixto de etileno y un ácido carboxílico etilénicamente insaturado que contiene de 3 a 8 átomos de carbono.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se mezcla de un 25 % a un 50 % en peso de dicha brea o resina, con un 20 % a un 40 % de dicho polímero mixto de etileno-



-acetato de vinilo y con un 20 % a un 40 % de dicho polímero mixto de etileno-ácido.

5. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se mezclan esencialmente partes iguales en peso, respectivamente, de dicha resina o brea, dicho polímero mixto de etileno y acetato de vinilo y dicho polímero mixto de etileno-ácido.

10. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se mezclan en porcentaje en peso aproximadamente de un 25 % a un 75 % de polímero mixto de etileno-acetato de vinilo, con un 25 % a un 75 % en peso de polímero mixto de etileno-ácido y un 0 % de brea o resina de alquitrán
15. de hulla.

20. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-ácido tiene un contenido de ácido comprendido entre un 0,1 % y un 75 % en peso.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-ácido tiene un contenido de ácido comprendido entre un 0,1 % y un 40 % en peso.

25. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-ácido tiene un contenido de ácido comprendido entre un 2 % y un 20 % en peso.

30. 8ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque



el polímero mixto de etileno-acetato de vinilo tiene un contenido de acetato de vinilo comprendido entre un 5 % y un 50 % aproximadamente.

5. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 8ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-acetato de vinilo tiene un contenido de acetato de vinilo comprendido entre un 15 % y un 40 % en peso.

10. 10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-ácido tiene un índice de fusión comprendido entre 0,1 y 400 aproximadamente.

15. 11ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 10ª, caracterizado porque el polímero mixto de etileno-acetato de vinilo tiene un índice de fusión comprendido entre 0,2 y 500 aproximadamente.

20. 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11ª, caracterizado porque el índice de fusión es del orden de 0,5 a 175 aproximadamente.

25. 13ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 12ª, caracterizado porque la resina o brea tiene un punto de reblandecimiento comprendido entre 100° y 150°C aproximadamente.

14ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 13ª, caracterizado porque el ácido carboxílico etilénicamente insaturado es ácido maléico o acrílico.

30. 15ª.- Procedimiento según la reivindicación



ción 1ª, caracterizado porque comprende mezclar de un 25 % a un 50 % en peso, aproximadamente, de dicha brea o resina de alquitrán con un punto de reblandamiento comprendido entre unos 100°C y unos 150°C;

5. con un 20 % a un 40 % de un polímero mixto de etileno y ácido acrílico, con un contenido de ácido acrílico comprendido entre un 2 % y un 20 % y un índice de fusión del orden de 5 a 40; y con un 20 % a un 40 % de dicho polímero mixto de etileno-acetato de

10. vinilo con un contenido de acetato de vinilo comprendido entre un 15 % y un 40 % en peso y un índice de fusión del orden de 0,5 a 175.

16ª.- Procedimiento según la reivindicación 15ª, caracterizado porque se mezclan partes en peso esencialmente iguales, respectivamente, de dicha resina de alquitrán o brea, dicho polímero mixto de etileno y ácido acrílico y dicho polímero mixto de etileno y acetato de vinilo.

15.

17ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 16ª, caracterizado porque se adiciona a la mezcla además, material finamente dividido.

20.

18ª.- Procedimiento para la preparación de una composición adhesiva termoplástica; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

25.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

UNITED STATES STEEL CORPORATION.

GOMEZ ACEBO Y MODEI
Firmado: F. Hernández Rula

14 MAYO 1969

30.