

CAS 12-Ph-Ber



1970

SECC.	_____
CLASIFICACION	_____
CLASE	08
SUBCLASE	I

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

382939

por "PROCEDIMIENTO PARA MODIFICAR LAS CARACTERISTICAS DE MASAS AUTOADHESIVAS", a favor de la firma alemana BEIERSDÖRF A.G., residente en 2000 HAMBURG 20 (Alemania)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El procedimiento se refiere a un procedimiento para modificar las características de masas autoadhesivas al objeto de que se adapten a las exigencias requeridas en cada caso.

5. Es conocido que los elastómeros y termoplásticos bajo el efecto de radiaciones ricas en energía, como los rayos β o γ no solo se reticulan sino que también se desintegran. También se pueden realizar reacciones de tapón mediante radiaciones ricas en energía. Así por ejemplo las láminas de polietileno se taponan con ácido
- 10.



382939

acrílico mediante radiación química a fin de conseguir una mejor capacidad de estampación de las láminas.

5. Asimismo se ha propuesto el procedimiento de reticular las masas autoadhesivas mediante radiación con rayos electrónicos de elevada energía al objeto de mejorar la cohesión de las masas adhesivas. En este procedimiento se ha partido sin embargo siempre de masas adhesivas que fueron determinadas por los componentes escogidos y que no podían adaptarse a las diversas exigencias posteriores.

10.

15. El cometido del invento es la creación de un procedimiento para modificar las características de las masas autoadhesivas de una manera sencilla y que tiendan adaptarse a las exigencias requeridas en cada caso, en donde el proceso se encuentra preferiblemente ya en el soporte para el material elaborado.

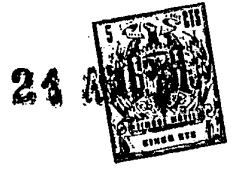
20. El procedimiento de acuerdo con el invento para modificar las características de las masas autoadhesivas se caracteriza porque monómeros no saturados en cantidades de 1 hasta 10% en peso, referido a la cantidad total de la masa adhesiva, se aplican sobre la superficie de la masa adhesiva extendida y mediante la acción de rayos ionizantes de elevada energía se injertan sobre la masa adhesiva, respectivamente sobre la parte de elastómeros de la masa adhesiva. Estas cantidades de los monómeros no sa-

25.



382939

- turados proporcionan sobre la masa adhesiva extendida una ténue capa son espesores de solamente aproximadamente 0,5 hasta 5 μ . De acuerdo con una forma conveniente de ejecución se emplean rayos electrónicos con una tensión de
5. aproximadamente 300 hasta 600 kV y una dosis absorbida de aproximadamente 2,5 hasta 10 Mrad. Sin embargo pueden emplearse también otras radiaciones ricas en energía, como por ejemplo los rayos γ de la fuente de Co^{60} .
- En la ejecución práctica del procedimiento de
10. acuerdo con el invento los monómeros no saturados se aplican en una ténue capa sobre una masa autoadhesiva extendida sobre un soporte y en un proceso de radiación subsiguiente se injertan a la temperatura ambiente. La aplicación de los monómeros no saturados puede realizarse ventajosamente mediante rociado de las correspondientes disoluciones con un recipiente de aerosoles mediante empleo de hidrocarburos fluorados como agente propulsor. También
15. es posible efectuar la extensión mediante un pincel o un adecuado dispositivo mecánico de aplicación.
20. Como monómeros pueden emplearse aquellas combinaciones que tengan uno o varios enlaces olefínicos no saturados, especialmente ácido acrílico o derivados del ácido acrílico, como éster isooctílico del ácido acrílico, éster butílico del ácido acrílico, lacrilato glicídico,
25. metacrilato glicídico, acrilamida o acrílico nitrilo.



382939

Las masas autoadhesivas empleadas pueden constituirse tanto a base de caucho natural y/o sintético sin átomos de carbono cuaternarios, resinas y materiales de relleno, como también a base de masas adhesivas sintéticas como polímeros o copolímeros de ésteres de ácido acrílico, por ejemplo los copolímeros de lacrilato butílico/ lacrilato isooctílico/ metacrilato glicídico o lacrilato butílico/ ácido acrílico.

10. La radiación para la cual preferentemente se establece un acelerador electrónico de 300 KV, se realiza convenientemente con una acentuada exclusión de oxígeno.

15. De acuerdo con una forma de ejecución preferente del invento, después del rociado de los monómeros no saturados a injertar o taponar sobre la masa adhesiva aplicada como recubrimiento sobre un soporte, debe realizarse la exclusión del oxígeno de modo que se aplique sobre la superficie rociada una lámina provista de medio separador que cierre herméticamente, por ejemplo una lámina de polietileno o de poliéster (lámina de tereftalato de polietileno) recubierto con caucho de silicona, antes de que se realice la radiación con los rayos ionizantes de elevada energía.

20. Esta radiación se ejecuta ventajosamente si el material soporte provisto y cubierto con la masa adhesiva y los monómeros se hace pasar ante la fuente de



382939

radiación a una distancia de 5 hasta 10 cm y con una velocidad de aproximadamente 20 m/min.

La lámina de polietileno y la capa de caucho de silicona se reticulan con la radiación y experimentan
5. con ello una mejora de sus características técnicas, como su efecto repelente al pegado y su resistencia a la rotura y a la abrasión. Además, prescindiendo de la reacción de taponamiento o de injertamiento, la misma masa adhesiva también se reticula, con lo cual su cohesión se eleva de modo conocido.
10.

Como material soporte para las masas autoadhesivas a modificar son adecuadas las láminas de materiales plásticos o materiales plásticos modificados, tejidos, papeles y velo de fibras de las más diversas clases.
15.

El invento se basa en el sorprendente conocimiento de que mediante la aplicación de monómeros no saturados, en una capa comparativamente muy delgada, sobre la superficie de la masa adhesiva extendida y mediante
20. el injerto de los monómeros bajo la acción de rayos ionizantes de elevada energía sobre la masa adhesiva, respectivamente sobre la parte de elastómeros de la masa adhesiva, se pueden ajustar de modo distinto las características de la masa autoadhesiva hasta el punto deseado, de acuerdo en cada caso con el objeto de empleo y las
25.

382939



condiciones de adherencia deseadas sobre las superficies en las que tengan que pegarse las masas autoadhesivas.

- Una masa adhesiva predeterminada, que pueda constituirse tanto sobre la base de caucho/resina como también
5. sobre la base de polímeros sintéticos, por ejemplo ésteres de ácido poliacrílico, se hace por ejemplo más blanda mediante el injerto de lacrilatoisooctílico y por tanto de este modo se adhiere mejor sobre superficies rugosas. El injerto de ácido acrílico o acrilonitrilo la hace más dura
 10. y por consiguiente se deja pegar mejor sobre superficies lisas. Estos monómeros proporcionan además debido a sus grupos polares, un favorable comportamiento de adherencia a la masa autoadhesiva sobre un cuerpo de configuración polar por ejemplo el acero, así como mayor estabilidad
 15. frente a medios disolventes no polares.

El invento se aclara más en detalle a continuación a base de ejemplos.

EJEMPLO 1

	Caucho natural secado al aire	44 partes en peso
20.	Medio protector contra el envejecimiento (Santovar A)	1 parte en peso
	Oxido de cinc	15 " " "
	Resina politerpénica, punto de fusión 115°C	27 " " "
25.	Resina politerpénica, punto de fusión 85°C	13 " " "

382939



- La masa adhesiva se fabricó en una amasadora con bencina como medio disolvente y con un espesor de capa de aproximadamente 100 g/m^2 se extendió y secó sobre un tejido de lana celulosa. La masa adhesiva secada se roció superficialmente con ácido acrílico a partir de una solución al 5% en acetona mediante el empleo de hidrocarburos fluorclorados como medio impulsor, de tal modo que se aplicaron aproximadamente de 1 a 5 g/m^2 , por ejemplo 3 g/m^2 , de ácido acrílico. Después de la evaporación del medio disolvente se cubrió herméticamente la superficie rociada, con una lámina de polietileno silicolidado, y a continuación se sometió a radiación con rayos electrónicos a una tensión de 300 KV hasta una dosis absorbida de aprox. 5 Mrad.
5. 10. 15. 20. 25.
- Recurriendo a la espectroscopia IR se comprobó que la reacción de taponamiento o de injerto se había desarrollado con éxito. Después de la extracción de la masa adhesiva radiada, con acetona o con acetato de etilo y eventualmente después de retirar los monómeros no transformados todavía existentes, el espectro IR mostró las bandas características para el caucho injertado con ácido acrílico.
- La masa adhesiva después de la reacción de taponamiento se fijaba mejor sobre materiales de estructura polar y presentaba una estabilidad mejorada respecto a los líquidos no polares.



382939

EJEMPLO 2

Una dispersión acuosa aglutinante de poliacrila-
 lato, que constaba de un polímero mixto de 70% de éster
 isooctilacrílico y 30% de acetato de vinilo (Synthemul
 5. 51-502 de Reichold) se extendió y se secó sobre una lá-
 mina de polietileno de 40/ de espesor con una densidad de
 capa de 35 g/m². La masa adhesiva secada, del mismo modo
 que se ha descrito en el ejemplo 1, se roció con aprox.
 3 g/m² de ácido acrílico y se sometió a radiación. Tam-
 10. bién aquí se verificó el análisis espectroscópico IR
 del proceso de taponamiento.

El Synthemul es un adhesivo muy blanco con una
 buena capacidad de asimiento, adecuado como pegamento de
 forrado, pero de muy escasa resistencia al cizallamiento.
 15. Después del taponamiento o injerto con ácido acrílico me-
 joró considerablemente la resistencia al cizallamiento,
 como muestran los valores que se indican a continuación:
 Esfuerzo de adherencia sobre acero después de la
 reacción de taponamiento por acción radiante y

20. química: 1.266 g/cm

Esfuerzo de adherencia sobre acero antes de
 la reacción de taponamiento por acción radiante
 y química:

25. no medible ya
 que la masa
 adhesiva es
 demasiado
 blanda



382939

Agarre (tiempo de mantenimiento, una medida 20°C
para la resistencia al cizallamiento) des-
pués de la reacción de taponamiento: > 1 semana
Agarre antes de la reacción de taponamiento: no medible

5. El agarre se mide de acuerdo con el siguiente procedimiento:
- Una tira del material a comprobar de aprox. 10 cm de longitud y 20 mm de ancho se pega de tal modo sobre una placa rectificada y desengrasada de acero exento de óxido, que quede aplicada una longitud de 2,54 cm (1 pulgada). La tira se presiona mediante una lenta rodadura en un único movimiento de ida y vuelta con un pesado rodillo de 2 kg. El extremo libre de la tira en suspensión vertical se carga con un peso y se mide el tiempo hasta la caída de la tira. El peso alcanza a 20 °C 400 g/cm de ancho de banda y a 70 °C 40 g/cm de ancho de banda.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 3

- La masa adhesiva de acuerdo con el ejemplo 1 se extendió sobre un tejido de lana celulósica, se secó y se roció con lacrilato isooctílico disuelto en acetona (5 g/m²) y, como se ha descrito en el ejemplo 1, se sometió a radiación. El éxito de la reacción de taponamiento se verificó mediante análisis espectroscópico IR.
- 20.
- 25.

382939
= 10 =

24



382939

20 °C

70 °C

Agarre después de la reacción
de taponamiento:

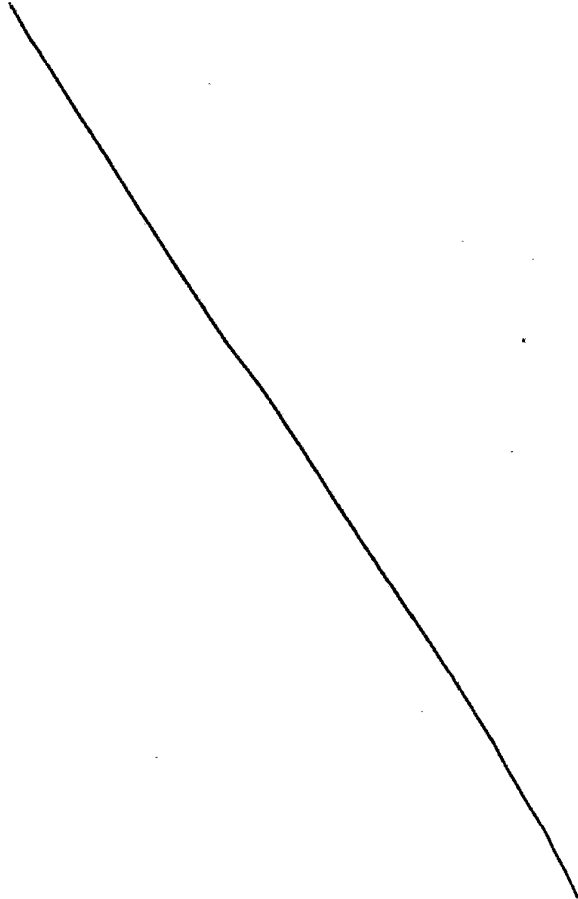
48 - 57 min

> 1 semana

Agarre antes de la reacción de
taponamiento:

no medible

= . =





382939

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente alemana nº P 1942 875.2-43 del 22 de Agosto de 1969.

5. 1.- Procedimiento para modificar las características de masas autoadhesivas, caracterizado porque monómeros no saturados en cantidades de 1 hasta 10% en peso, referido a la cantidad total de masa adhesiva, se aplican sobre la superficie de la masa adhesiva extendida y mediante la acción de rayos ionizantes de elevada energía ejercen una acción de taponamiento sobre la masa adhesiva, respectivamente sobre la parte de elastómeros de la masa adhesiva.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada porque como rayos electrónicos se emplean rayos ionizantes.
15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se emplean rayos electrónicos

382939



20 1970

con una tensión de aproximadamente 300 hasta 600 KV y una dosis absorbida de aproximadamente 2,5 hasta 10 Mrad.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplean rayos γ como rayos ionizantes.

5.

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque los monómeros no saturados se aplican con un espesor de capa de 0,5 hasta 5 μ sobre la superficie de la masa adhesiva extendida.

10.

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque como monómero para la reacción de taponamiento se emplea ácido acrílico o sus ésteres con un componente alcohólico de 4 hasta 8 átomos de carbono.

15.

7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque como elastómeros para la masa adhesiva se emplea caucho natural y/o sintético sin átomos de carbono cuaternarios.

20.

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque como masa adhesiva se emplea éster del ácido poliacrílico o copolímeros de uno o varios ésteres del ácido acrílico y otros monómeros polimerizables.

382939



5. 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque los monómeros no saturados que han de realizar el taponamiento se rocían en forma de disolución sobre la masa adhesiva aplicada como revestimiento sobre un soporte y después de la evaporación del disolvente se verifica la reacción de taponamiento bajo la exclusión del oxígeno.
10. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque sobre la superficie de la masa adhesiva aplicada como recubrimiento sobre el soporte y que lleva en una tenue capa los monómeros que han de realizar el taponamiento se aplica una lámina provista con un medio separador que cierre herméticamente, por ejemplo una lámina de polietileno siliconada, antes de
15. que se realice la radiación con los rayos ionizantes de elevada energía.
- 11.- Procedimiento para modificar las características de masas autoadhesivas.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 21 AGO. 1970
p. a. JAIME ISERN

Firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ

mpc.

