

404774



404774

PATENTE DE INVENCION

Ref: O.Z. 27 601.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de revestimientos autoadhesivos.

Int. Cl. ² : 09D

Solicitante

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

=====

Las masas adhesivas se emplean cada vez en mayor escala para el recubrimiento de etiquetas, bandas adhesivas, láminas decorativas y artículos similares. Los pegamentos líquidos, en parte aún empleados, o los recubrimientos rehumectables, se

5.



sustituyen cada vez más por masas autoadhesivas.

Las masas adhesivas, para ello empleadas, deben tener ciertas propiedades determinadas: además de una buena pegajosidad superficial deberá darse una cohe-

5. sión lo más alta posible del recubrimiento. El pegamento por adhesión deberá tener buena estabilidad a la luz, oxígeno y humedad y la pegajosidad se deberá mantener constante a través de un margen de temperaturas lo más amplio posible, es decir, a temperaturas bajas
10. deberá existir aún una buena pegajosidad superficial y a temperaturas más altas no debe decaer considerablemente la cohesión.

Las soluciones de caucho tienen amplia aplicación, como masas adhesivas, en el terreno de los pegamentos

15. por adhesión. El elastómero, en sí no pegajoso, se vuelve adhesivo por la adición de resinas que le hacen pegajoso. Las masas a base de caucho tienen una buena pegajosidad superficial y una elevada cohesión. Su estabilidad al envejecimiento deja sin embargo mucho por dese-
20. ar: las láminas adhesivas transparentes preparadas con ellos amarillean rápidamente y su fuerza de adhesión disminuye.

Mejor estabilidad al envejecimiento la muestran los adhesivos que se componen de polímeros de acrilato.

25. Los polímeros se emplean como soluciones o como dispersiones. También en los poliacrilatos, una buena pegajosidad superficial y una elevada cohesión, son condiciones previas para su utilidad como adhesivos. La alta cohesión solo se da con un peso molecular relativamente
30. alto del polímero.



- En las soluciones de adhesivos un elevado peso molecular del polímero significa sin embargo que prácticamente sólo se pueden preparar y elaborar soluciones con reducida concentración, y esto resulta desventajoso:
5. Al hacer un suministro se ha de enviar simultáneamente mucho disolvente, con reducida concentración frecuentemente no se puede aplicar la cantidad de sustancia sólida necesaria en un solo proceso de trabajo y en la preparación de revestimientos autoadhesivos sobre sustratos laminares se ha de evaporar mucho disolvente. Tales dificultades no se presentan en los pegamentos por adhesión a base de isocianato conocidos. En estos se mezclan soluciones de concentración relativamente alta de polímero de bajo peso molecular, que contienen grupos hidroxilo, antes de su aplicación, con soluciones de isocianatos polivalentes. De esta manera se presenta una reticulación o enlace de los polímeros que contienen grupos hidroxilo bajo un fuerte aumento del peso molecular y con ello de la cohesión de los adhesivos. Lo desventajoso es aquí el que se trate de un sistema de dos componentes que, en estado mezclado, solo se pueden elaborar durante un tiempo limitado y que gelifican rápidamente. Una parada larga en las máquinas de recubrimiento puede ser por lo tanto el origen de costosos trabajos de limpieza. Además, por razones fisiológicas, algunas veces no se desean elaborar isocianatos para los adhesivos, ante todo cuando el producto final se ha de poner en contacto con la piel humana.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 30. Finalmente, el peso molecular de los polímeros de los pegamentos por adhesión se puede aumentar median

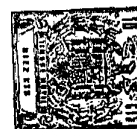


te una reticulación térmica si se emplean copolímeros que contengan grupos metilol o grupos metilol eterados. Para lograr una velocidad de reticulación suficiente, a las temperaturas aún posibles para la aplicación, es necesario que el copolímero además de los grupos metilol, o bien los grupos metilol eterados, contenga además ulteriores grupos activos, por ejemplo, grupos carboxilo.

- 5.
- El número de los grupos metilólicos o bien grupos metiloléter contenidos en el polímero, con presencia simultanea de grupos carboxilo, es sin embargo limitado, ya que con mayores contenidos durante la obtención de los polímeros ya se presenta una reticulación indeseada. Además, debido a una reticulación prematura es limitada la estabilidad al almacenamiento de las soluciones de adhesivo, que contienen polímeros con grupos ácido y grupos metilol, a temperatura ligeramente elevada.
- 10.
- 15.

Se ha descubierto ahora que se pueden obtener ventajosamente revestimientos autoadhesivos, mediante aplicación de películas delgadas de polímeros de éster acrílico autoadhesivo, en caso dado en mezcla con disolventes para los polímeros de éster acrílico, sobre las superficies de sustratos laminares y evaporación de los disolventes, en caso dado empleados simultaneamente, si sobre las superficies se aplican mezclas de

- 20.
25. (A) copolímeros de
- (a) 0,3 a 10 % en peso de ácidos mono- o dicarboxílicos monolefinicamente insaturados, conteniendo de 3 a 5 átomos de carbono, o monómeros de vinilo conteniendo como mínimo 1 grupo hidroxilo, con
- 30.



- (b) hasta un 99,7 % en peso de acrilatos alquílicos con grupos alquilo conteniendo de 6 a 12 átomos de carbono
- (c) 0 a 60 % en peso de ésteres de ácidos carboxílicos, olefínicamente insaturados, conteniendo de 4 a 7 átomos de carbono y
- (d) 0 a 10 % en peso de ulteriores monómeros olefínicamente insaturados,
5. (B) 0,5 a 8 % en peso, referido a la cantidad de los copolímeros (A), de resinas de melamina-formaldehído y, en caso dado,
10. (C) disolventes orgánicos, en los cuales son solubles los copolímeros (A) y las resinas (B), los disolventes (C) en caso dado empleados se evaporan y el revestimiento se calienta, en caso dado, durante la evaporación de los disolventes (C), a una temperatura de 50°C como mínimo.
15. Los copolímeros (A) se pueden obtener en la forma usual, preferentemente por polimerización en solución de los monómeros (a) y (b) así como, en caso dado, (c) y (d). Tienen por lo general valores K de 20 a 90, preferentemente de 45 a 80. Como ácidos mono- ó di-carboxílicos olefínicamente insaturados los copolímeros (A), pueden contener copolimerizado, por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y/o ácido crotónico, así como ésteres alquílicos ácidos del ácido maleico, fumárico o itacónico, así como ácidos mono- y/o dicarboxílicos α, β -olefínicamente insaturados, que contienen de 3 a 5 átomos de carbono, o los monoalquilésteres de tales ácidos dicarboxílicos, que,
- 20.
- 25.
- 30.

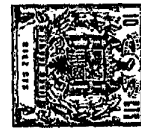


en la mayoría de los casos, contienen de 1 a 4 átomos de carbono en el resto alquílico. De especial interés son el ácido acrílico, ácido crotonico y ácido itacónico.

5. Como monómeros de vinilo, que contienen como mínimo un grupo hidroxilo, entran por ejemplo en consideración el ácido acrílico y metacrilatos de alcanodiolos que, preferentemente, contienen de 2 a 4 átomos de carbono, tales como acrilato y metacrilato de etilenglicol, monoacrilato y monometacrilato de 1,4-butanodiol y acrilato de β -hidroxipropilo, además, buten-1-diol-3,4 ó viniltioetanol. La cantidad de monómeros (a) asciende preferentemente a 1-5 % en peso, referido a la totalidad de los monómeros. Por lo general se emplean monómeros (a) que contienen solo grupos carboxilo o grupos hidroxilo.
- 10.
- 15.

- Para la obtención de los copolímeros (A) se pueden emplear acrilatos alquílicos de cadena recta o ramificada, conteniendo de 6 a 12 átomos de carbono en los grupos alquilo, tales como acrilato de n-hexilo, acrilato de n-octilo, acrilato de isooctilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-decilo y, además, acrilato de n-dodecilo. De especial interés son los acrilatos con 8 átomos de carbono en el resto alquilo. La proporción de monómeros (b) en los copolímeros (A) asciende, en la mayoría de los casos, a más de un 30 % en peso, preferentemente a un 40 % en peso como mínimo.
- 20.
- 25.

- Hasta un 60 % en peso de los monómeros empleados para la obtención de los copolímeros (A), pueden ser ésteres de ácidos carboxílicos monolefínicamente insaturados conteniendo de 4 a 7 átomos de carbono, por ejemplo,
- 30.



- acetato de vinilo, propionato de vinilo y n-butirato de vinilo y/o acrilato y metacrilato de metilo, acrilato y metacrilato de etilo y acrilato de n-butilo. Finalmente, los copolímeros (A) pueden contener además, copolimerizado, hasta un 10 % en peso de otros monómeros olefinicamente insaturados, por ejemplo, amidas de ácidos mono- y/o dicarboxílicos α, β -olefinicamente insaturados conteniendo de 3 a 5 átomos de carbono, tales como especialmente acril- y metacrilamida, nitrilos de ácidos carboxílicos α, β -olefinicamente insaturados, conteniendo en la mayoría de los casos 3 - 4 átomos de carbono, tales como especialmente acrilonitrilo, N-vinil-lactamas, tal como especialmente N-vinilpirrolidona y/o N-vinilcaprolactama, así como, además, ácidos sulfónicos olefinicamente insaturados, tales como especialmente el ácido vinylsulfónico.
- 5.
- 10.
- 15.

- Como resinas (B), se pueden emplear las resinas de melamina-formaldehído usuales que preferentemente sean solubles en disolventes orgánicos. Tales resinas (B) están, por ejemplo, descritas en el libro de Wagner-Sark "Lackkunstharze" 5ª edición 1971, Hanser-Verlag München, páginas 71 a 76, que por la presente forman parte de lo conocido. Bien adecuadas son especialmente aquellas resinas de melamina-formaldehído que se han obtenido en la forma usual por reacción de aproximadamente 1 mol de melamina con aproximadamente 4 moles de formaldehído y ulterior esterificación con alcoholes inferiores, conteniendo en la mayoría de los casos de 1 a 6, especialmente de 2 a 4 átomos de carbono, tales como especialmente etanol, n-butanol e isobutanol.
- 20.
- 25.
- 30.

404774 - 8 -



- Si las nuevas masas adhesivas se fabrican empleando copolímeros (A) de peso molecular relativamente bajo, cuyos valores K se encuentran en la zona de 20 a 50, especialmente entre 30 y 40, entonces, en muchos casos, no es necesario emplear simultáneamente los disolventes orgánicos (C), ya que tales copolímeros (A), por lo general, son fluidos o aplicables a brocha a temperatura ambiente o ligeramente más elevada. Tales copolímeros (A) se pueden emplear, por lo tanto, en mezcla con las resinas (B), sin la adición de disolventes (C), para la obtención de los revestimientos según la presente invención. En algunos casos puede ser también ventajoso, al utilizar tales copolímeros (A) de bajo peso molecular, emplear simultáneamente reducidas cantidades de disolventes (C).
- 5.
- 10.
15. Frecuentemente, en el procedimiento de la presente invención, se emplean los copolímeros (A) y las resinas (B) en forma de una solución en disolventes orgánicos (C), especialmente cuando los copolímeros (A) tienen unos valores K superiores a 40, especialmente de 40 a 70 o más,
20. es decir, hasta 90. Como disolventes (C) entran en consideración, ante todo, los ésteres carboxílicos líquidos, tales como acetato de etilo y acetato de n-butilo, las cetonas, tales como acetona, dimetilcetona y ciclohexanona, los hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno y xilenos, los hidrocarburos líquidos alifáticos y cicloalifáticos, tales como las fracciones de bencina con puntos de ebullición entre 50 y 150°C, especialmente entre 60 y 100°C, ciclohexano, así como los éteres, tales como dioxano, tetrahydrofurano y di-terc.butiléter o sus
- 25.
30. mezclas. De especial interés como disolventes para las



nuevas masas adhesivas, son el acetato de etilo, ciclohexano y las mezclas de acetona con bencina del margen de ebullición de 60 a 95°C.

- El contenido en disolvente en las masas adhesivas, que contienen disolvente, se encuentra frecuentemente en la zona de 30 a 60, especialmente de 40 a 50 % en peso de disolvente (C) referido a la suma de los pesos de (A), (B) y (C). Tales masas adhesivas, que contienen disolventes, se pueden obtener, por ejemplo, de soluciones de los copolímeros (A) en disolventes orgánicos (C), tal y como se obtienen en la obtención de los copolímeros (A) por polimerización en solución de los monómeros, por ejemplo, mezclándolos a temperatura ambiente con las resinas (B) o soluciones de las resinas (B) en disolventes orgánicos (C). Tales soluciones de adhesivo se pueden almacenar durante meses y siguen siendo elaborables. Las masas de adhesivo, o bien sus soluciones en disolventes orgánicos (C), no deberán contener, referido a la cantidad de copolímero (A), más de un 8 % en peso de las resinas (B) ya que con un mayor contenido en resina (B) se reduce la pegajosidad de la superficie de los revestimientos autoadhesivos reticuladores. Si bien tales soluciones, que contienen más de un 8 % en peso de resina (B), referido al copolímero (A), por lo general no son adecuadas como adhesivos si son adecuados como aglutinantes ocul-
tos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

En el nuevo procedimiento, las masas de adhesivo, o bien las soluciones de las masas de adhesivo, de la clase mencionada, se aplican en la forma usual sobre la superficie de sustratos laminares bajo desarrollo de pelí-



- culas delgadas. Siempre que los revestimientos conten gan disolventes (C) se evaporaran estos en la forma usual, por ejemplo, por calentamiento a temperaturas que en la mayoría de los casos se encuentran entre 50 y 200°C, especialmente entre 50 y 150°C y/o bajo presión más reducida. Siempre que se calienta a temperaturas de 50°C como mínimo se presenta una reacción de reticulación entre los copolímeros (A) y las resinas (B). Siempre que en el recubrimiento de los sustratos laminares no se empleen simultaneamente disolventes (C), o los disolventes se evaporen a temperaturas por debajo de los 50°C bajo presión reducida, se calentará el revestimiento, después de su aplicación, o bien después de evaporar el disolvente (C), a una temperatura de 50°C como mínimo, preferentemente a una temperatura de 70°C como mínimo, especialmente de 70 a 150°C. También es ventajoso en algunos casos un calentamiento de los revestimientos a temperaturas más elevadas, por ejemplo, de 180 a 200°C. El calentamiento de los revestimientos, que en caso dado con tienen disolvente, se puede efectuar en la forma usual, por ejemplo, mediante soplado por encima con aire caliente y mediante radiación con rayos ultrarrojos. Por lo general es suficiente, para una reticulación de los componentes (A) y (B), un breve calentamiento, es decir de pocos segundos hasta algunos minutos. En la zona de temperatura desde unos 50°C hasta unos 70°C puede ser en algunos casos ventajoso realizar el calentamiento durante varias horas o, en casos raros, durante algunos días. El contenido en resina (B) de las masas de adhesivo asciende preferentemente a 1 - 5 % en peso, referido al copolíme-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



ro (A).

- Una ventaja especial del nuevo procedimiento es la gran estabilidad al almacenamiento de las nuevas masas de adhesivo que, en caso dado, contienen disolvente y que se emplean como adhesivos de un solo componente. No se necesitan por lo tanto incómodas instalaciones de dosificación y mezcla en las máquinas de recubrir y se pueden emplear, por lo tanto, máquinas recubridoras que sean de construcción más sencilla y menos propensas a averías. En especial no se presentan en el nuevo procedimiento, como en los procedimientos conocidos, averías por una reticulación prematura y gelificación de las masas de recubrimiento, que pudieran dar origen a costosos trabajos de limpieza.
- Según el nuevo procedimiento, se pueden dotar las estructuras usuales laminares con revestimientos de masas de adhesivo, por ejemplo, bandas de papel o láminas, por ejemplo, de polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, tereftalato de polietilenglicol y poliestireno que, en la mayoría de los casos, reciben en su lado trasero un recubrimiento de materiales sobre los cuales se adhieren mal las masas adhesivas.
- Como sustratos laminares entran también en consideración los vellones delgados de fibras minerales o textiles, así como los revestimientos de pisos textiles y los vellones de revestimientos de pisos, por ejemplo, a base de vellones agujeteados, láminas gruesas de cloruro de polivinilo o madera, así como además parquet de madera.
- Para enjuiciar las propiedades de adhesión de las estructuras laminares, que según el nuevo procedimiento se

404774

- 12 -



- dotan de revestimientos autoadhesivos, se recubren en los ejemplos siguientes láminas de tereftalato de polietilenglicol de manera que el revestimiento, después de secar, tenga un espesor de 25 μ (correspondiente a una aplicación de 25 g por m²). El disolvente, en caso da-
5. do empleado simultáneamente, se evapora a 20°C bajo presión reducida. Los valores de adhesión se determinan después de secar, así como después de la reticulación térmica. Para comprobar la adhesión superficial se efectúa el de lazada y el ensayo de despegado. Para ello se recorta la lámina, recubierta con adhesivo, en tiras de ensayo de 2 cm de anchura y estas tiras se almacenan en un recinto climatizado a 20°C y un 65 % de humedad relativa del aire, durante 24 horas.
- 10.
15. En el ensayo de lazada se coloca la tira de ensayo formando una lazada y se sujeta en las mordazas de sujeción de una máquina de rasgar. La capa adhesiva se encuentra aquí en el lado exterior de la lazada. En las mordazas inferiores de la máquina de rasgar asienta horizontalmente una chapa cromada de alto brillo sobre la que se aplica la lazada a una velocidad de 150 mm/minuto en una longitud de unos 5 cm. Se levanta inmediatamente a la misma velocidad y se mide la fuerza que para ello es necesario.
- 20.
25. En el ensayo de despegado se pegan las tiras de prueba sobre una placa cromada y se despega en paralelo a la capa de adhesivo, es decir, bajo un ángulo de 180°C y se mide la fuerza para ello necesaria. La velocidad de extracción asciende a 150 mm/minuto y la medición se efectúa inmediatamente y 3 días después de la adhesión.
- 30.



5. Como medida para la cohesión de la capa de adhesivo se emplea un ensayo de cizallamiento. Las tiras de ensayo se pegan para ello en una chapa cromada, de alto brillo, en una superficie de 20 x 25 mm. La chapa se sujeta perpendicularmente y el extremo de la tira de adhesivo se carga con 500 g. Se determina el tiempo hasta que la adhesión, bajo una tensión constante de 500 g, se haya soltado. La medición se efectúa a 20°C y 50°C.

10. Las partes y los porcentajes indicados en los ejemplos siguientes se refieren al peso. Los valores K aquí indicados se midieron según H-Fikentscher, Cellulosechemie 13 (1932) pág. 58 y s.

Ejemplo 1

15. Se prepara en la forma usual para los polímeros de solución un copolímero de 97,2 partes de acrilato de 2-etilhexilo y 2,8 partes de ácido acrílico. Como disolvente sirve una mezcla de acetona y bencina ligera (margen de ebullición 65 a 95°C) en una proporción en volumen de 3:7. El valor K del polímero asciende a 53.

20. Después de enfriar el preparado de polimerización, ajustado a un 50 % de contenido en materia sólida, se agrega un 4 % (referido al copolímero) de una resina de melamina-formaldehído eterada en la forma usual con n-butanol. La proporción molar melamina:formaldehído:butoxilo en la resina empleada es de 1:4:2.

25. Con la mezcla de polímero-resina, que contiene disolvente, se recubren láminas de tereftalato de polietilenglicol. Después de evaporar el disolvente bajo presión reducida a 20°C se determinan los valores de adhesión, asimismo después de calentar durante 10 minutos a 120°C. Se

30.

404774



determinó lo siguiente:

	Después de secar a 20°C en vacío sin reticular térmicamente	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	650 g	600 g
Ensayo de despegado <u>in</u> mediatamente	1 300 g (K)	900 g (A)
después de 3 días	1 800 g (K)	1 150 g (A)
Ensayo de cizallamiento a 20°C	2 horas	mas de 10 días
a 50°C	12 minutos	mas de 10 días

K = se mide la cohesión de la película de adhesivo.

A = valor de adhesión

5. Mediante la reticulación térmica se aumenta la cohesión de la capa de adhesivo tanto que a continuación se hallan valores de adhesión.

Ejemplo 2

10. Un copolímero de 92 partes de acrilato de 2-etilhexilo y 8 partes de monoacrilato de 1,4-butanodiol se prepara en la forma usual en una mezcla de disolventes de 4 partes en volumen de tolueno y 6 partes en volumen de bencina ligera. La bencina ligera tiene un margen de ebullición de 65 a 95°C. El valor K del polímero es de 61.

15. Después de enfriar el preparado de polimerización, que contiene un 50 % de copolímero, se agrega un 4 % (referido al polímero) de la resina de melamina-formaldehído esterada indicada en el ejemplo 1.

20. Con esta mezcla se recubren láminas de tereftalato de polietilenglicol. Después de evaporar el disolven-



te bajo presión reducida, a 20°C, se determinan los valores de adhesión, asimismo después de un tratamiento térmico durante 10 minutos a 120°C. Se determinaron:

	Después de secar a 20°C en vacío sin reticular térmicamente	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	1 100 g	700 g
Ensayo de despegado inmediatamente	700 g (K)	650 g (A)
después de 3 días	1 100 g (K)	750 g (A)
Ensayo de cizallamiento a 20°C	2 minutos	mas de 5 días
a 50°C	-	mas de 5 días

K = se mide la cohesión de la película de adhesivo

5. A = valor de adhesión

Ensayo comparativo 1

10. Como comparación con los ejemplos 1 y 2 se prepara en la forma usual un homopolímero de acrilato de 2-etilhexilo que no contiene ningún grupo hidroxilo o bien carboxilo libre. Una mezcla de acetona y bencina ligera, en una proporción en volumen de 3:7, sirve como disolvente. El valor K del polímero asciende a 53.

15. Después de enfriar el preparado de polimerización, que contiene un 50 % de polímero, se agrega un 4 % (referido al polímero) de la resina de melamina-formaldehído eterada indicada en el ejemplo 1.

20. Con esta mezcla se recubren láminas de tereftalato de polietilenglicol. Después de evaporar el disolvente se determinan los valores de adhesión, asimismo después de un tratamiento térmico de 10 minutos a 120°C.

404774

- 16 -



Se determinaron:

	Después de secar a 20°C en vacío	Después de secar a 20°C + 10 minu- tos a 120°C
Ensayo de lazada	620 g	600 g
Ensayo de despegado inmediatamente	380 g (K)	380 g (K)
después de 3 días	400 g (K)	400 g (K)
Ensayo de cizallamiento a 20°C	2 minutos	2 minutos
a 50°C	-	-

En el ensayo comparativo con un polímero sin grupos carboxilo o bien grupos hidroxilo no se observa, a una temperatura más elevada bajo las condiciones seleccionadas, ningún aumento de la cohesión.

5.

Ejemplo 3

Un copolímero de 70 partes de acrilato de 2-etilhexilo, 28 partes de acetato de vinilo y 2 partes de ácido acrílico se prepara en la forma usual en acetona/bencina como disolvente. La proporción en volumen de acetona:bencina asciende a 3:7, el valor K del polímero a 70,8.

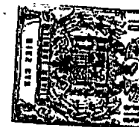
10.

A la solución de polimerización conteniendo un 50 % de copolímero se le agrega un 5 % (referido al polímero) de una resina de melamina-formaldehído eterada con isobutanol. La proporción molar melamina. formaldehído asciende a 1:4 a 1:4,5.

15.

Con esta mezcla se recubren láminas de tereftalato de etilenglicol. Después de evaporar el disolvente se determinan los valores de adhesión, asimismo después de un tratamiento térmico de 10 minutos a 120°C.

20.



Valores de adhesión hallados:

	Después de secar a 20°C en vacío	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	550 g	400 g
Ensayo de despegado inmediatamente	450 g	300 g
después de 3 días	600 g	350 g
Ensayo de cizallamiento a 20°C	2 días	9 días
a 50°C	10 horas	3 días

Ensayo comparativo 2

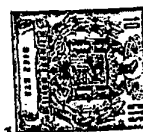
- Se prepara un copolímero correspondiente al del ejemplo 3, pero que no contiene ningún grupo carboxilo y que se ha constituido de 70 partes de acrilato de etilhexilo y 30 partes de acetato de vinilo. Su valor K es de 57.
- 5.

El disolvente, el aditivo de melamina, la elaboración y la comprobación corresponden al ejemplo 3.

10. Valores de adhesión hallados:

	Después de secar a 20°C en vacío	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	500 g	350 g
Ensayo de despegado inmediatamente	410 g	280 g
después de 3 días	520 g	310 g
Ensayo de cizallamiento a 20°C	16 horas	6 horas
a 50°C	4 minutos	4,5 minutos

También aquí se demuestra que por la falta de grupos carboxilo bajo las condiciones aplicadas no se logra una reticulación suficiente y por lo tanto ningún aumento



de la cohesión.

Ejemplo 4

5. Un copolímero de 58 partes de acrilato de 2-etilhexilo, 40 partes de acetato de vinilo y 2 partes de ácido acrílico con un valor K de 58 se prepara conforme al ejemplo 5, se mezcla con un 5 % de su peso de resina de melamina-formaldehído eterada y la mezcla se comprueba como adhesivo en la forma descrita.

Valores de adhesión medidos:

	Después de secar a 20°C en vacío	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	350 g	300 g
Ensayo de despegado inmediatamente	430 g	410 g
después de 3 días	500 g (A)	480 g (A)
Ensayo de cizallamiento a 20°C	6 días	6 días
a 50°C	5 horas	3 días

10. Ensayo comparativo 3

- Un copolímero de solución de 60 partes de acrilato de 2-etilhexilo y 40 partes de acetato de vinilo con un valor K de 57,5 se mezcla, como se ha indicado en el ejemplo 4, con un 5 % de su peso de resina de melamina.
15. La mezcla de adhesivo se comprueba según las indicaciones en el ejemplo 4.

Valores de adhesión:

	Después de secar a 20°C en vacío	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
Ensayo de lazada	400 g	350 g
Ensayo de despegado inmediatamente	310 g	290 g
después de 3 días	380 g (A)	360 g (A)



Después de secar a 20°C en vacío Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C

Ensayo de cizallamiento	Después de secar a 20°C	Después de secar a 20°C + 10 minutos a 120°C
	15 horas	18 horas
	a 50°C 33 minutos	14 minutos

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, de be 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 Alemania, con fecha 12 de julio de 1971, bajo el número P 21 34 688.3, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invencción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE REVESTIMIENTOS AUTOADHESIVOS; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.- Procedimiento para la obtención de revestimientos autoadhesivos, mediante aplicación de delgadas películas de polímeros autoadhesivos de ésteres acrílicos, en caso dado en mezcla con disolventes para los polímeros de acrilato, sobre las superficies de sustratos laminares y evaporación de los disolventes, en caso dado empleados simultaneamente, caracterizado porque sobre la superficie se aplican mezclas de (A) copolímeros de (a) 0,3 a 10 % en peso de ácidos mono- o dicarboxílicos monolefinicamente insaturados, con 3 a 5 átomos de carbono

MM

404774 - 20 -



- no, o monómeros de vinilo conteniendo como mínimo 1 grupo hidroxilo con (b) hasta un 99,7 % en peso de acrilatos de alquilo con grupos alquilo conteniendo 6 a 12 átomos de carbono, (c) 0 a 60 % en peso de carboxilatos monoclefinicamente insaturados, conteniendo 4 a 7 átomos de carbono y (d) 0 a 10 % en peso de ulteriores monómeros olefinicamente insaturados; (B) 0,5 a 8 % en peso, referido a la cantidad de los copolímeros (A) de resinas de melamina-formaldehido; y, en caso dado, (C) disolventes orgánicos, en los cuales sean solubles los copolímeros (A) y las resinas (B); se evapora en caso dado el disolvente; y los revestimientos se calientan durante la evaporación de los disolventes a una temperatura de 50°C como mínimo.
- 5.
- 10.
15. 2º.- Procedimiento para la obtención de revestimientos autoadhesivos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 20 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

12 JUL. 1972

Madrid

20.

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MOJET

p. p. Firmados L. Garcia Forcadex