



Nº 424.503

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

Residencia: WILMINGTON DELAWARE, Estados Unidos

Enunciado: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE  
UN ADHESIVO EN MASA TERMOFUSIBLE

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense Nº 343,683 del 22-3-73.

RECEIVED  
DIRECCION  
TECNICA



1

## RESUMEN DE LA INVENCIÓN

Una composición adhesiva en estado fundido que comprende, en partes en peso alrededor de:

5

(a) 100 partes de cera de petróleo,

(b) de 40 a 200 partes de una resina dotadora de pegajosidad y

10

(c) de 15 a 100 partes de copolímero elastomérico ramificado de etileno, por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_3$  a  $C_{18}$ , por lo menos un dieno no conjugado di-reactivo y opcionalmente por lo menos un dieno no conjugado mono-reactivo, teniendo dicho copolímero una viscosidad Mooney de 10 a 70 aproximadamente.

## ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

15

Esta invención se refiere a composiciones adhesivas en masa termofusible y más especialmente a composiciones adhesivas en masa termofusible que contienen un ingrediente elastomérico.

20

Los adhesivos en masa termofusible, comúnmente denominados masas termofusibles, han encontrado amplia aceptación inicial para uso en la estratificación de diversos substratos tales como papel, cartón y láminas metálicas. Las masas termofusibles son generalmente mezclas de cera, ingredientes dotadores de pegajosidad, materiales poliméricos y opcionalmente otros ingredientes como antioxidantes. Las masas termofusibles son sólidas a las temperaturas ambiente y la unión se rea

25



1 liza calentando la composición adhesiva para formar un fundido  
pegajoso fluido, aplicando el fundido a un substrato para for-  
mar un revestimiento sobre el mismo, colocando un segundo subs-  
trato sobre el revestimiento de masa termofusible y enfriando  
5 el estratificado resultante a una temperatura inferior a la  
temperatura de fusión de la composición adhesiva para formar  
una unión adhesiva entre los substratos.

La técnica ha sugerido frecuentemente la inclusión  
de un polímero elastomérico en las composiciones adhesivas en  
masa termofusible. Se han propuesto los dipolímeros y terpolí-  
meros de etileno/propileno elastoméricos, por ejemplo, debido  
a sus excelentes propiedades de módulo y resistencia a la trac-  
ción y a su compatibilidad con otros ingredientes en la compo-  
sición en masa termofusible. Las masas termofusibles que con-  
15 tienen estos polímeros, sin embargo, han presentado una visco-  
sidad demasiado alta al nivel deseado de contenido de elastó-  
mero para uso en muchos aplicadores convencionales de adhe-  
sivos.

En el sellado de carcasas, por ejemplo, el adhesi-  
vo en masa termofusible es aplicado generalmente bajo presión  
20 a través de una boquilla a un cizallamiento relativamente ba-  
jo. La masa termofusible habitualmente debe tener una viscosi-  
dad del orden de 100 a 10.000 centipoises en las condiciones  
de aplicación con objeto de que se apliquen dentro de un tiem-  
po razonable unas cantidades de adhesivo adecuadas para reali-  
25



1       zar el sellado. Las composiciones en masa termofusible de  
la técnica anterior conteniendo copolímeros elastoméricos de  
etileno-propileno han presentado generalmente unas viscosida-  
5       des muy superiores a este intervalo, del orden de 50.000 cen-  
tipoisés o más, a la concentración deseada de elastómero en  
las composiciones en masa termofusible.

Por consiguiente, los adhesivos en masa termofu-  
sible conteniendo etileno-propileno no han encontrado acepta-  
ción para uso en las aplicaciones de baja viscosidad, como en  
10       el sellado de carcasas, a pesar de otras muchas propiedades  
excelentes.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Ahora se ha encontrado que las composiciones adhe-  
sivas en masa termofusible que contienen como componente elas-  
15       tomérico un copolímero ramificado de etileno, por lo menos una  
 $\alpha$ -olefina  $C_3$  a  $C_{18}$ , por lo menos un dieno di-reactivo y opcio-  
nalmente por lo menos un dieno no conjugado mono-reactivo, pre-  
sentan una viscosidad menor que la de las masas termofusibles  
conocidas antes de ahora que contenían un dipolímero lineal de  
20       etileno/propileno o un terpolímero EPDM.

Por consiguiente, esta invención proporciona una  
composición adhesiva en masa termofusible que comprende, en  
partes en peso:

- (a) 100 partes de cera de petróleo,
- (b) de 40 a 200 partes de una resina dotadora de



1976

1 pegajosidad y

(c) de 15 a 100 partes de un copolímero elastomérico ramificado de etileno, por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_3$  a  $C_{18}$ , por lo menos un dieno no conjugado di-reactivo y opcionalmente por lo menos un dieno no conjugado mono-reactivo; teniendo dicho copolímero una viscosidad Mooney de 10 a 70 aproximadamente.

#### DESCRIPCION DE LA INVENCION

10 Las composiciones adhesivas en masa termofusible de esta invención poseen las excelentes propiedades físicas de elevado módulo, gran resistencia al desgarramiento y compatibilidad de ingredientes características de las composiciones en masa termofusible que contienen un copolímero lineal de etileno/propileno. Sin embargo, la viscosidad de la masa fundida se ha reducido sustancialmente.

15

A base de cera de petróleo, estos nuevos adhesivos en masa termofusible comprenden, en partes en peso:

20

(a) 100 partes de cera de petróleo,  
(b) de 40 a 200 partes de una resina dotadora de pegajosidad y

25

(c) de 15 a 100 partes de un copolímero elastomérico ramificado de etileno, por lo menos una  $\alpha$ -olefina  $C_3$  a  $C_{18}$ ; por lo menos un dieno no conjugado di-reactivo y opcionalmente por lo menos un dieno no conjugado mono-reactivo.

En el sentido utilizado aquí, el término "cera de



MAY 1970

1       petróleo" se refiere tanto a las ceras parafínicas como a las  
ceras microcristalinas así como a las ceras sintéticas equiva-  
lentes.

5       La cera parafínica es una mezcla de hidrocarburos  
sólidos derivada de la fracción de cabezas destilada de la ce-  
ra obtenida en la destilación fraccionada del petróleo. Des-  
pués de la purificación, la cera parafínica contiene hidrocar-  
buros que generalmente están comprendidos dentro de la fórmu-  
la  $C_{23}H_{48}-C_{35}H_{72}$ . La cera parafínica es un material práctica-  
10       mente incoloro, duro, translúcido, habitualmente con un punto  
de fusión de 52 a 85°C aproximadamente. La cera microcristali-  
na se obtiene a partir de los residuos no destilables del cal-  
derín procedentes de la destilación fraccionada del petróleo.  
Difiere de la cera parafínica en que contiene hidrocarburos  
15       ramificados de pesos moleculares más altos. Es considerable-  
mente más plástica que la cera parafínica y habitualmente tie-  
ne un punto de fusión de unos 66 a 93°C. Son también útiles  
las ceras sintéticas como la cera de Fischer-Tropsch.

20       El uso de resinas dotadoras de pegajosidad en los  
adhesivos en masa termofusible es muy conocido en la técnica  
y pueden utilizarse con ventaja las resinas convencionales com-  
patibles con la cera seleccionada y con el copolímero elasto-  
mérico ramificado. Por "compatible" se entiende que la resina  
no debe separarse para formar una fase distinta cuando la com-  
25       posición se calienta para formar un fundido. La resina dotado-



MAY 1970

1 ra de pegajosidad debe estar presente en una proporción de  
unas 40 a 200 partes y preferiblemente de 100 a 150 partes  
por 100 partes de cera.

5 Las resinas dotadoras de pegajosidad representati-  
vas que pueden ser utilizadas ventajosamente son las resinas  
naturales como resina de goma, resina de madera y resina de  
"tall-wood", resina de madera hidrogenada, ésteres de resinas  
naturales como los ésteres metílico y glicerílico de las resi-  
nas de madera; y resinas hidrocarbonadas de cadena parafínica  
10 metilada. Son especialmente útiles las resinas a base de hi-  
drocarburos alifáticos del petróleo preparadas por polimeriza-  
ción de olefinas y diolefinas. Estas resinas hidrocarbonadas  
generalmente presentan un punto de ablandamiento por el método  
del anillo y de la bola de 10 a 135°C. Las resinas comerciales  
de este tipo comprenden las resinas sintéticas de politerpeno,  
15 como "Wing-Tack" 95, vendida por Goodyear Chemicals. Otras re-  
sinas comerciales son las resinas "Betaprene" H vendidas por  
Reichold Chemical Corporation.

20 Otras resinas dotadoras de pegajosidad útiles son  
las resinas hidrocarbonadas preparadas por polimerización de  
fracciones de petróleo crudo, como las resinas "Piccotac" ven-  
didas por Pennsylvania Industrial Chemical Corporation; y los  
polímeros de terpeno con un punto de ablandamiento por el mé-  
todo de bola y anillo de unos 10 a 135°C. Otras resinas dota-  
25 doras de pegajosidad serán conocidas por los expertos en la



2 MAY 1976

1 técnica.

5 El polímero elastomérico ramificado es un copolí-  
mero de etileno, una  $\alpha$ -olefina  $C_3$  a  $C_{18}$  y por lo menos un die-  
no no conjugado di-reactivo. Por "di-reactivo" se entiende que  
10 el dieno se copolimerizará con otros monómeros presentes du-  
rante la polimerización a través de sus dos dobles enlaces.  
Opcionalmente, durante la polimerización puede encontrarse  
presente un dieno monoreactivo. Por "monoreactivo" se entien-  
de que solamente uno de los dobles enlaces diénicos entrará  
15 en la reacción de polimerización. Estos copolímeros ramifica-  
dos pueden prepararse por polimerización de los monómeros en  
un disolvente inerte, en presencia de un catalizador de coordi-  
nación como el descrito en la patente canadiense 855.774 de  
Campbell y Thurn.

15 El propileno es la  $\alpha$ -olefina preferida, aunque pue-  
den escogerse ventajosamente otras  $\alpha$ -olefinas como 1-hexeno,  
1-buteno, 1-deceno y 1-dodeceno. Los dienos di-reactivos repre-  
sentativos copolimerizados para introducir la ramificación son  
20 los monómeros con dos dobles enlaces terminales, como 1,4-pen-  
tadieno, 1,5-hexadieno y 1,7-octadieno. El dieno di-reactivo  
también puede ser una diolefina de anillo estirado, como el  
producto de reacción de norbornadieno-2,5 y ciclopentadieno  
o preferiblemente 2,5-norbornadieno. Los dienos mono-reacti-  
vos representativos que pueden ser opcionalmente copolimeri-  
25 zados comprenden los compuestos cicloalifáticos tales como 5-



MAY 1972

1 etiliden-2-norborneno, 5-metilen-2-norborneno y 5-propenil-2-  
norborneno y las diolefinas alifáticas no conjugadas como  
1,4-hexadieno, 1,9-octadieno y similares.

5 Los copolímeros ramificados adecuados tienen una  
viscosidad Mooney ML-1+4/121°C de 10 a 70 aproximadamente y  
todavía mejor alrededor de 18 a 30. Cuando la masa termofusi-  
ble ha de ser utilizada en aplicaciones tales como el sellado  
de carcasas, deben evitarse los copolímeros ramificados con  
unos tamaños de partícula suficientemente grandes para obtu-  
10 rar el orificio de las boquillas. El contenido en gel y el  
tamaño de partícula del gel son reducidos convenientemente  
disminuyendo la cantidad de dieno di-reactivo en el polímero.

15 Cuando se escoge el propileno como la  $\alpha$ -olefina,  
el polímero ramificado generalmente contiene alrededor de 40  
a 80 % en peso de etileno, alrededor de 0,01 a 0,5 moles de  
diene di-reactivo por kilogramo de copolímero y opcionalmente  
alrededor de 0 a 2 moles de diene mono-reactivo por kilogra-  
mo de copolímero. El resto es propileno. Los copolímeros pre-  
20 feridos contienen alrededor de 70 a 74 % en peso de etileno  
y alrededor de 0,1 a 0,3 moles de diene di-reactivo por kilo-  
gramo de copolímero, siendo el diene di-reactivo preferido el  
2,5-norbornadieno. Preferiblemente, como en el caso del 1,4-  
hexadieno, el diene mono-reactivo se encuentra en una propor-  
ción del orden del 0 al 6 % en peso. El resto es propileno.

25 El copolímero ramificado debe estar presente en



AY 1070

1 una proporción de como mínimo unas 15 partes por 100 partes  
de cera para conseguir una unión flexible. Generalmente, unas  
adiciones superiores a 100 partes por 100 partes de cera no  
mejoran el comportamiento de la composición adhesiva. Prefe-  
5 riblemente, la composición adhesiva debe contener alrededor  
de 20 a 50 partes de copolímero ramificado por 100 partes  
de cera.

Pueden incluirse en la composición adhesiva peque-  
ñas cantidades de estabilizantes térmicos como antioxidantes  
10 y de promotores convencionales de la adhesión, con objeto de  
mejorar las propiedades físicas. Pueden utilizarse plastifi-  
cantes de polipropileno en lugar de una parte del copolímero  
ramificado para reducir todavía más la viscosidad del adhesi-  
vo en masa termofusible sin pérdidas indebidas de las propie-  
15 dades físicas. Si se desea, pueden utilizarse también aceites  
diluyentes, como aceites de petróleo parafínico.

La composición adhesiva en masa termofusible se  
prepara convenientemente en un calderín agitado, con una ca-  
misa de aceite, calentado a unos 163-191°C. Primero se intro-  
20 duce la cera y la resina y se dejan fundir. Después se añade  
el polímero ramificado y se continúa mezclando hasta que se  
disuelve. Finalmente, se añaden los promotores de la adhe-  
sión y los antioxidantes opcionales. Cuando la mezcla agita-  
da resultante es homogénea, se vierte y se deja enfriar.

25 Alternativamente puede emplearse un mezclador in-



1 terno, como los que contienen una paleta Sigma. En este caso,  
el polímero se agrega antes que la cera. Después se introdu-  
cen los promotores de la adhesión y antioxidantes opcionales.  
Generalmente se requiere un mínimo de 30 minutos de mezclado  
5 para garantizar un fundido homogéneo.

Cuando la composición en masa termofusible se ha  
de utilizar en el sellado de carcasas, generalmente es conve-  
niente que la composición tenga una viscosidad del orden de  
100 a 10.000 centipoises, medida a 190°C con un viscosímetro  
10 Brookfield Thermosel RTV utilizando un husillo del nº 21 a  
20 rpm. La viscosidad de la masa fundida se ajusta para el co-  
polímero ramificado y para el equipo de aplicación particula-  
res haciendo variar la proporción de cera y resina dotadora  
de pegajosidad a polímero ramificado dentro de los límites pres-  
15 critos anteriormente. En general, la viscosidad de la masa ter-  
mofusible disminuye aumentando las proporciones de cera o de  
resina dotadora de pegajosidad.

Las composiciones en masa termofusible de esta in-  
vención con una viscosidad superior a 10.000 aproximadamente  
20 pueden ser utilizadas en otras aplicaciones de adhesivos, co-  
mo las que emplean un aplicador de rueda o engranaje. Para au-  
mentar la viscosidad de la composición en masa termofusible,  
se aumenta la cantidad de copolímero ramificado respecto a la  
cantidad de cera y resina dotadora de pegajosidad.

25 En los ejemplos que siguen, todas las partes y por-



2 MAY, 1978

1 centajes se dan en peso salvo indicación en contrario. Las  
medidas de viscosidad son las determinadas con un viscosíme-  
tro Brookfield Thermosel RVT empleando un husillo n° 27, sal-  
vo indicación en contrario. Los puntos de ablandamiento por  
5 el método de anillo y bola se determinan siguiendo los proce-  
dimientos ASTM E-28-58 T.

#### EJEMPLO 1

A. La resina sintética utilizada es una resina de  
politerpeno con un punto de ablandamiento por anillo y bola  
10 de  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , vendida como "Wingtack" 95 por Goodyear Chemicals.  
La cera de petróleo utilizada es una cera parafínica completa-  
mente refinada con un punto de fusión de  $61^{\circ}\text{C}$  (método de ensa-  
yo ASTM D-87). El tetrapolímero elastomérico ramificado utili-  
zado presenta la siguiente composición de unidades monoméricas:  
15 etileno, 72,75 %; propileno, 23 %; 2,5-norbornadieno, 0,15 %;  
y 1,4-hexadieno, 4,1 %. Este tetrapolímero tiene una viscosi-  
dad inherente de 1,25 a  $30^{\circ}\text{C}$  (medida en una solución de 0,1 g  
de tetrapolímero en 100 ml de tetracloroetileno) y una visco-  
sidad Mooney (ML-1+4/ $121^{\circ}\text{C}$ ) de 19.

20 Se calienta a unos  $177^{\circ}\text{C}$  una caldera mezcladora  
con una camisa de aceite, de 2 galones (7,56 litros), agitada,  
y se carga con 100 partes de "Wingtack" 95 y 100 partes de ce-  
ra parafínica refinada. Cuando estos componentes se han fundi-  
do, se añaden lentamente 40 partes de tetrapolímero. Cuando la  
25 mezcla agitada resultante se ha vuelto homogénea, se vierte y



1 se deja enfriar. Con fines de ensayo, se recoge una porción de la mezcla en una bandeja de acero inoxidable, se enfría y se corta en cuadrados de 1" (2,54 cm) cuando ha solidificado. Los resultados típicos de las medidas de la viscosidad se encuentran en la Tabla I.

TABLA I  
Composición

<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
Tetrapolímero ramificado	40
10 Resina	100
Cera	<u>100</u>
	240

Propiedades

Punto de ablandamiento de anillo y bola: 63-65°C

<u>Temperatura, °C</u>	<u>Velocidad del husillo, rpm</u>	<u>Viscosidad, cps</u>
15 163	100	2415
177	100	1730
190	100	1275
20 204	100	920

B. Con fines comparativos, se prepara una composición adhesiva en masa termofusible utilizando la resina y la cera y siguiendo el procedimiento de la Parte A, a excepción de que en lugar del tetrapolímero ramificado se emplea un terpolímero elastomérico lineal de etileno, propileno y 1,4-hexadieno (72 % de etileno, 25,2 % de propileno, y 2,8 %



MAY 1976

1 de 1,4-hexadieno; ML-1+4/121°C de 60). Los resultados típicos de los ensayos se encuentran en la Tabla II.

TABLA II

Composición

5

<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
Terpolímero lineal	40
Resina	100
Cera	<u>100</u>
	240

10

Propiedades

Punto de ablandamiento de anillo y bola: 65-78°C

<u>Temperatura, °C</u>	<u>Velocidad del husillo (1), rpm</u>	<u>Viscosidad, cps</u>
163	2,5	66.500
177	2,5	49.500
177	5,0	48.700
190	5,0	37.000
204	5,0	24.250
204	10,0	22.000

20

(1) La viscosidad es tan alta que no es adecuada ninguna velocidad del husillo superior a 10 rpm.

25

Comparando las Tablas I y II se observa que la composición adhesiva en masa termofusible que contiene el tetrapolímero elastomérico ramificado presenta una viscosidad inesperadamente baja en comparación con las composiciones simila-



MAY 1971

1 res en masa termofusible que contienen un terpolímero elasto-  
mérico lineal.

C. Pegado de cartón ondulado

5 El adhesivo en masa termofusible de la Parte A se  
introduce en el depósito de un aplicador de masas termofusi-  
bles "Nordson" Mark IV, calentado a unos 163-191°C, se envía  
a la punta de una boquilla caliente y se impulsa mediante aire  
sobre un cartón ondulado para formar cuatro cordones de la an-  
chura de un lápiz. Un segundo cartón ondulado se sujeta contra  
10 el primero durante unos 2 a 6 segundos para distribuir los cor-  
dones sobre ambas superficies (sección de compresión). Después se  
afloja la presión. Los cartones quedan muy satisfactoriamente  
pegados entre sí por el adhesivo.

EJEMPLO 2

15 Se formulan unas composiciones adhesivas en masa  
termofusible utilizando el tetrapolímero ramificado y el pro-  
cedimiento del Ejemplo 1 y empleando una variedad de ceras pa-  
rafínicas totalmente refinadas y resinas. Las medidas de la  
viscosidad se toman sobre estas composiciones a 190°C utili-  
zando un husillo del nº 21 a 20 rpm. Los resultados se encuen-  
20 tran en la Tabla III.

25



TABLA III

1

Ingredientes	A	B	C	D
Tetrapolmero ramificado	40	40	40	40
Resina hidrocarbonada de petróleo (1)	100	-	-	-
Resina sintética de politerpeno (2)	-	100	100	100
	<u>P.F. (3)</u>			
Totalmente refinada	100	100	-	-
Parafina	-	-	100	-
Cera	-	-	-	100
Promotor de la adhesión (4)	2,0	2,0	2,0	2,0
2,6-Di-terc-butil-4-metil-fenol	2,4	2,4	2,4	2,4
Acido bórico en polvo	2,4	2,4	2,4	2,4
Viscosidad, cps	1945	1545	1867	2345

(1) Punto de ablandamiento de anillo y bola: 119°C; "Piccotac" A, Pennsylvania Industrial Chemical

Corporation

(2) Punto de ablandamiento de anillo y bola: 100±5°C; "Wing-Tack" 95, Goodyear Chemicals

(3) Punto de fusión, método de ensayo ASTM D-87

(4) Polietileno injertado con anhídrido maleico; "Epolene" C-16, Eastman Chemical.

15

20

25

1

TABLA III

<u>Ingredientes</u>		<u>A</u>	<u>B</u>	
Tetrapolímero ramificado		40	40	4
Resina hidrocarbonada de petróleo (1)		100	-	-
5 Resina sintética de politerpeno (2)		-	100	10
	<u>P.F.(3)</u>			
Totalmente refinada	61°C	100	100	-
Parafina	70°C	-	-	10
Cera	84°C	-	-	-
10 Promotor de la adhesión (4)		2,0	2,0	
2,6-Di-terc-butil-4-metil-fenol		2,4	2,4	
Acido bórico en polvo		2,4	2,4	
Viscosidad, cps		1945	1545	186

15

(1) Punto de ablandamiento de anillo y bola: 119°C; "Piccotac" A, Pennsylv Corporation

(2) Punto de ablandamiento de anillo y bola: 100+5°C; "Wing-Tack" 95, Go

(3) Punto de fusión; método de ensayo ASTM D-87

(4) Polietileno injertado con anhídrido maleico; "Epolene" C-16, Eastman

20

25



TABLA III

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
	40	40	40	40
(1)	100	-	-	-
	-	100	100	100
	100	100	-	-
	-	-	100	-
	-	-	-	100
	2,0	2,0	2,0	2,0
	2,4	2,4	2,4	2,4
	2,4	2,4	2,4	2,4
	1945	1545	1867	2345

o y bola: 119°C; "Piccotac" A, Pennsylvania Industrial Chemical

o y bola: 100+5°C; "Wing-Tack" 95, Goodyear Chemicals

yo ASTM D-87

rido maleico; "Epolene" C-16, Eastman Chemical.



12

EJEMPLO 3

1

5

10

15

20

25

Para demostrar la extensibilidad de las composiciones en masa termofusible, se agrega polipropileno a una masa termofusible en las proporciones indicadas en la Tabla IV. El polipropileno tiene una temperatura de fusión máxima de  $157\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$ , medida por calorimetría exploratoria diferencial con una velocidad de calentamiento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{minuto}$ . El tetrapolímero ramificado, la cera y la resina dotadora de pegajosidad son los identificados en el Ejemplo 1. Las composiciones diluidas B, C y D se ensayan para determinar la viscosidad Brookfield, la temperatura por cizallamiento IAP y la temperatura de pelado. Los mismos ensayos se realizan sobre la composición A no diluida. Los resultados se registran en la Tabla IV.

La temperatura de pelado se determina aplicando una tira de adhesivo de ensayo, de 3,2 mm de anchura por 0,05 mm de espesor, sobre un papel Kraft de 30-16/resma ( $49\text{ g}/\text{m}^2$ ). Se coloca una segunda hoja del mismo papel en alineación directa con la primera hoja y se termosella a aquélla. Se cortan los papeles pegados, perpendicularmente a la línea de unión, en tiras de 2,54 cm de anchura. En una estufa se colocan unas muestras pegadas duplicadas con un extremo libre de la muestra unido a un soporte fijo. Se suspende una carga de 100 g del otro extremo libre. Los ensayos se inician a la temperatura ambiente ( $24^{\circ}\text{C}$ ). La temperatura de la estufa se eleva entonces por incrementos de  $5^{\circ}\text{C}$  a intervalos de 5 minutos. La temperatura



1 a la cual se produce la deslaminación de la unión se establece como la temperatura de pelado. La temperatura de cizallamiento LAP se determina de la misma manera que la "temperatura de pelado" a excepción de que se utiliza un cartón White  
 5 Richford Blank (14 x 22", 35,6 x 55,9 cm, 10 capas) y las hojas se pegan en alineación perpendicular.

TABLA IV

		Composición			
		A	B	C	D
10	Tetrapolímero ramificado	80	40	60	80
	Acido bórico	4,8	4,8	4,8	4,8
	2,6-Di-terc-butil-4-metilfenol	4,8	4,8	4,8	4,8
	Poliétileno injertado con anhídrido maleico	4,0	4,0	4,0	4,0
15	Polipropileno	-	40	40	80
	Cera	200	200	200	200
	Resina dotadora de pegajosidad	200	200	200	200
	Viscosidad Brookfield, 190°C, cps	1882	272	847	1865
	Temperatura de cizallamiento LAP, °C	70	70	70	71
20	Temperatura de pelado,	46	45	42	42

La Tabla IV indica que la composición en masa termofusible puede ser diluída sin ningún efecto adverso sobre la temperatura de cizallamiento LAP ni de pelado.

25 En resumen la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:



2 MAY 1970

REIVINDICACIONES

1

1.- Un procedimiento para la preparación de un adhesivo en masa termofusible caracterizado porque comprende mezclar los siguientes ingredientes a una temperatura de alrededor de 163°C a 191°C.

5

(1) 100 partes de cera de petróleo;

(2) de 40 a 200 partes de una resina dotadora de pegajosidad y

10

(3) de 15 a 100 partes de un copolímero elastomérico ramificado de etileno, por lo menos una alfa-olefina  $C_3$  a  $C_{18}$ , por lo menos un dieno di-reactivo, y opcionalmente por lo menos un dieno no-conjugado monoreactivo, teniendo dicho copolímero una viscosidad Mooney de 10 a 70 aproximadamente.

15

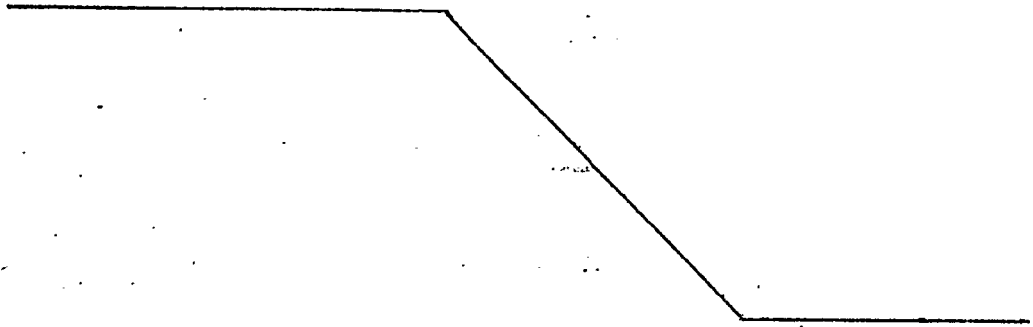
2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la mezcla se realiza mezclando y fundiendo primero la cera y la resina dotadora de pegajosidad y posteriormente agregando el copolímero elastomérico ramificado y continuando la mezcla hasta que el polímero se disuelve.

20

3.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN ADHESIVO EN MASA TERMOFUSIBLE.

25

30





1                    · Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente Memoria descriptiva que consta de veinte páginas mecano-  
grafiadas.

5

Madrid, 21 de Marzo de 1.974

BERNARDO JUNGRIA

p.p.  
*[Handwritten signature]*

10

15

20

25

30