

(19)



**REPUBLIKA SLOVENIJA**

**Urad RS za varstvo industrijske lastnine**

(10) **SI 9300541 A**

(12)

## **PATENT**

(21) Številka prijave: **9300541**

(51) MPK<sup>8</sup>: **C09J 171/02**

(22) Datum prijave: **15.10.1993**

---

(45) Datum objave: **30.06.1994**

(30) Prednost: **15.10.1992 US 961246**

(72) Izumitelj: **ARNWINE JR.ALLEN CARLETON, Flourtown, Pennsylvania 19031, US;**  
**SHEASLEY WILLIAM DAVID, New Britain, Pennsylvania 18901, US**

(73) Nosilec: **ROHM AND HAAS COMPANY, Independence Mall West, Philadelphia, Pennsylvania 19105, US**

(74) Zastopnik: **PATENTNA PISARNA D.O.O., Čopova 14 p.p. 322, 61000 Ljubljana, SI**

---

(54) **POSTOPEK ZA IZBOLJŠANJE NA PRITISK OBČUTLJIVIH ADHEZIVOV**

(57) Prikazan je postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivih adhezivov pri temperaturah pod -17,7 stopinj C. Etilenoksidni/propilenoksidni blok

sopolimer dodamo k adhezivu in proizvedemo izboljšano lastnost odpornosti lupljenja.

**SI 9300541 A**

ROHM AND HAAS COMPANY

Postopek za izboljšanje na pritisk občutljivih adhezivov

Predloženi izum se nanaša na postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivih adhezivov (PSA-jev) pri temperaturah pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$ .

Na pritisk občutljivi adhezivni (PSA) polimeri so znani v tehniki. Značilno, PSA polimeri in zato PSA-ji nimajo sprejemljive adhezije na podlagah pri temperaturah pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$ .

V US-A-5,049,608 je prikazan PSA sestavek z dobrimi lastnostmi pri nizki in sobni temperaturi, ki obsega (a) sopolimerno emulzijo 2-etilheksilakrilatnega/polarnega monomera, pri čemer ima sopolimer  $T_g$  od  $-70^{\circ}$  do  $-40^{\circ}\text{C}$  in (b) 3 do 9 mas. %, glede na sopolimer, neionskega  $C_7$  do  $C_{18}$  alkilfenoksi poli(etilenoksi) etanola z vsaj 70 etilenoksi enotami.

S predloženim izumom skušamo premagati težave, povezane s PSA-ji iz stanja tehnike.

V skladu s predloženim izumom je zagotovljen postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivega adheziva pri temperaturah pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$ , ki obsega mešanje (kot

formuliranje) adhezivnega polimera z etilenoksidnim/propilenoksidnim blok sopolimernim površinsko aktivnim sredstvom v količini od približno 0,5 do približno 20 mas. % glede na celotno sestavo.

Prednostno je količina etilenoksidnega/propilenoksidnega blok sopolimernega površinsko aktivnega sredstva od približno 1 do približno 16 mas. %.

Prednostno vsebuje adhezivni polimer do 98 % etilheksilakrilata in do 99 % akrilnih ali metakrilnih estrov  $C_4$  do  $C_{12}$  alkanolov.

Prednostno vsebuje adhezivni polimer od 40 do približno 99 % 2-etilheksilakrilata ali butilakrilata.

Prednostno ima etilenoksidni/propilenoksidni blok sopolimer molekulsko maso od približno 1000 do približno 7000.

Prednostno ima etilenoksidni/propilenoksidni blok sopolimer molekulsko maso od približno 1500 do približno 4000.

Prednosti predloženega izuma so v tem, da je zagotovljen postopek za izboljšanje lastnosti PSA-jev za aplikacije v območju zmrzovanja. S postopkom tudi lahko razširimo to lastnost PSA-jev do temperatur pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$  in prednostno do  $-28,8^{\circ}\text{C}$ .

Predloženi izum zagotavlja postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivega adheziva pri temperaturah pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$ , ki obsega formuliranje adheziva z etilenoksidnim/propilenoksidnim blok sopolimernim površinsko aktivnim sredstvom v količini od približno 0,5 do približno 20 mas. % glede na celotno sestavo. Prednostno so adhezivni polimeri emulzijski polimeri, ki imajo  $T_g$  pod  $-25^{\circ}\text{C}$ . Ti adhezivi na splošno vsebujejo od 0 do približno 98 % 2-etilheksilakrilata ali od 0 do približno 99 % akrilnih ali metakrilnih estrov  $C_4$  do  $C_{12}$  alkanolov, kot npr. butilakrilata. Polimeri in sopolimeri, ki vsebujejo vsaj 40 % 2-etilheksilakrilata ali butilakrilata so prednostni.

Sopolimer lahko vsebuje tudi do 25 mas. % drugih somonomerov, značilno uporabljenih v tehniki akrilnih PSA-jev, kot npr. vinilklorida, stirena, karboksilnih kislin, ki se dajo sopolimerizirati, in (met)akrilamida.

Etilenoksidna/propilenoksidna blok sopolimerna površinsko aktivna sredstva so tržno dosegljiva, npr. pod imenom "Pluronic™ Surfactants" (na razpolago pri BASF Corporation). V skladu z blagovno literaturo so pluroniki sestavljeni iz hidrofoba, tvorjenega s kontroliranim dodajanjem propilenoksida k dvema hidroksilnima skupinama propilenglikola, in etilenoksida, dodanega na oba konca hidrofoba v količini od 10 do 80 mas. % končne molekule (strukturno EO-PO-EO blok sopolimer).

Na splošno imajo etilenoksidna/propilenoksidna blok sopolimerna površinsko aktivna sredstva, uporabljena v smislu izuma, številčno povprečno molekulsko maso od približno 1000 do približno 7000. Prednostna molekulska masa blok sopolimera je od približno 1500 do približno 4000 številčne povprečne molekulske mase.

Na splošno vodotopno polietrsko spojino uporabimo v količinah od približno 0,5 do približno 20 mas. % glede na celotno emulzijo. Prednostna količina vodotopnega polietra je od približno 1 do približno 16 mas. %.

Predloženi izum je opisan samo s primeri.

### Testni postopek - lupljenje

Postopek, opisan v PSTC-1 (revidiran 8/89), uporabimo za merjenje lupljenja z naslednjimi navedenimi spremembami. Pred izvajanjem testa kondicioniramo testne plošče, ročni valjar in vzorčne trakove v hladni komori pri testni temperaturi, navedeni v omenjenem poskusu. Laminiranje vzorčnih trakov in testne plošče naredimo z valjarjem v hladni komori. Ploščo, ki nosi vzorec, zadržimo v hladni komori. Med poskusom testne vzorce vzamemo iz hladne komore in jih položimo direktno na testno napravo.

Polimer A je 2-etilheksilakrilat/butilakrilat, ki vsebuje polimer s  $T_g$  -54°C.

### Formulacija adhezivov

50 g aditiva mešamo v 1000 g polimera A, dokler ne dosežemo homogene zmesi.

### Priprava etikete

Adhezivno etiketno osnovo pripravimo z nanašanjem adheziva na 22,7 kg silikonski ločilni liner s 26 g/m<sup>2</sup>, da dobimo končni suhi film in nato laminiramo na 22,7 kg lice litografskega papirja.

Tabela 1

|                           | <u>Kontrola</u> | <u>Primerjava A</u> | <u>Primerjava B</u> | <u>Primer 1</u> | <u>Primer 2</u> |
|---------------------------|-----------------|---------------------|---------------------|-----------------|-----------------|
| <u>Aditiv</u>             |                 |                     |                     |                 |                 |
| EO/PO                     |                 |                     |                     |                 |                 |
| sopolimer <sup>1</sup>    | 0               | 0                   | 0                   | 8               | 12              |
| Triton N-998 <sup>2</sup> | 0               | 12                  | 6                   | 0               | 0               |

### Načini odpovedi

V naslednjih tabelah so zabeležni rezultati, navedeni kot črke in številke, kot npr.: 60A - naznačuje, da pride do odpovedi vezave v Adhezivu pri 6 g/cm. PT-naznačuje,

da vezava ne odpove, odpove papir s pretrganjem papirja "Paper Tear".

Test lupljenja\* (x0,1 g/cm) proti aplikacijski temperaturi

|             |     |     |     |        |     |
|-------------|-----|-----|-----|--------|-----|
| Sobna temp. | 60A | 23A | 17A | 24A    | 21A |
| -17,8°C     | 39A | PT  | PT  | PT/57A | PT  |
| -28,8°C     | 10A | 10A | 5A  | PT     | PT  |

<sup>1</sup> Pluronic L-61 - na razpolago pri BASF.

<sup>2</sup> alkilfenoksi etoksilirano površinsko aktivno sredstvo z 90EO enotami (prej izdelovalec Rohm and Haas Company; pravice za izdelavo prenesene na Union Carbide Chemicals and Plastics Company).

\* Navedeni rezultati so izraženi v 0,1 g/cm (temelječ na izračunu, da je en oz/in ekvivalenten 11 g/cm).

Iz podatkov v tabeli 1 je razvidno, da z adhezivi primera 1 in primera 2 dosežemo izboljšano lastnost proti kontroli pri -17,8 °C in -28,8°C.

V primeru 1 in 2 dosežemo vezavo pri -28,8°C, ki prestane test lupljenja in povzroči pretrganje papirja.

To je presenetljivo izboljšanje proti primerjalnim primerom, pripravljenim s Tritonom N-998 in kontrolo, ki prikazuje slabo adhezijo pri -28,8°C (dopustna adhezivna odpoved pri približno enaki odpornosti lupljenja (0,5-1 g/cm).

Tabela 2

|                                  |                |                         |             |             |                         |             |             |              |              |                          |
|----------------------------------|----------------|-------------------------|-------------|-------------|-------------------------|-------------|-------------|--------------|--------------|--------------------------|
|                                  | Kontrola       |                         |             |             |                         |             |             |              |              |                          |
|                                  | 2              | Pr.3                    | Pr.4        | Pr.5        | Pr.6                    | Pr.7        | Pr.8        | Pr.9         | Pr.10        | Pr.11                    |
| <u>Aditiv:</u>                   | <u>nobeden</u> | <u>L-61<sup>3</sup></u> | <u>L-61</u> | <u>L-61</u> | <u>L-81<sup>4</sup></u> | <u>L-81</u> | <u>L-81</u> | <u>L-101</u> | <u>L-101</u> | <u>L-101<sup>5</sup></u> |
| <u>Količina:</u>                 | 0              | 8                       | 10          | 12          | 6                       | 8           | 10          | 1            | 2            | 4                        |
| <u>Vrednosti lupljenja* pri:</u> |                |                         |             |             |                         |             |             |              |              |                          |
| (izmerjeno na                    |                |                         |             |             |                         |             |             |              |              |                          |
| LPDE ploščah)                    |                |                         |             |             |                         |             |             |              |              |                          |
| -17,8°C:                         | 54             | PT                      | PT          | PT          | 65A                     | 75A         | PT          | 70A          | 80A          | 60A                      |
| -23,3°C:                         | 50A            | PT                      | PT          | 70A         | 65*                     | 75*         | PT          | 51A          | 70A          | 48A                      |
| -28,8°C:                         | 25A            | 50A                     | PT          | PT          | PT                      | PT          | PT          | PT           | PT           | PT                       |

<sup>3</sup>Pluronic L-61 (BASF Corporation; polioksipropilenski hidrofof z molekulsko maso ~ 2000 /10 % polioksietilena na celoto)

<sup>4</sup>Pluronic L-81 (BASF Corporation; polioksipropilenski hidrofof z molekulsko maso ~ 2700/10 % polioksietilena na celoto)

<sup>5</sup>Pluronic L-101 (BASF Corporation; polioksipropilenski hidrofof z molekulsko maso ~ 4000/10 % polioksietilena na celoto)

\*navedeni rezultati so izraženi v 0,1 g/cm (temelječ na izračunu da je 1 oz/in ekvivalenten 11 g/cm)

Iz podatkov v tabeli 2 je razvidno, da razni etilenoksidni/propilenoksidni blok-sopolimeri izboljšajo nizkotemperaturno lastnost adheziva.

Za

ROHM AND HAAS COMPANY:

PATENTNA DISARNA  
LJUBLJANA

## PATENTNI ZAHTEVKI

1. Postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivega adeziva pri temperaturah pod  $-17,8^{\circ}\text{C}$ , ki obsega mešanje, kot je formuliranje, adhezivnega polimera z etilenoksidnim/propilenoksidnim blok sopolimernim površinsko aktivnim sredstvom v količini od približno 0,5 do približno 20 mas. % glede na celotno sestavo.
2. Postopek po zahtevku 1, označen s tem, da je etilenoksidno/propilenoksidno blok sopolimerno površinsko aktivno sredstvo v količini od približno 1 do približno 16 mas. %.
3. Postopek po kateremkoli od prejšnjih zahtevkov, označen s tem, da adhezivni polimer vsebuje do 98 % etilheksilakrilata in do 99 % arilnih ali metakrilnih estrov  $\text{C}_4$  do  $\text{C}_{12}$  alkanolov.
4. Postopek po kateremkoli od prejšnjih zahtevkov, označen s tem, da adhezivni polimer vsebuje od 40 do približno 99 % 2-etilheksilakrilata ali butilakrilata.
5. Postopek po kateremkoli od prejšnjih zahtevkov, označen s tem, da ima etilenoksidni/propilenoksidni blok sopolimer molekulsko maso od približno 1000 do približno 7000.
6. Postopek po kateremkoli od prejšnjih zahtevkov, označen s tem, da ima etilenoksidni/propilenoksidni blok sopolimer molekulsko maso od približno 1500 do približno 4000.

Za

ROHM AND HAAS COMPANY:

**PATENTNA PISARNA**  
LJUBLJANA

23312-X-93-KA



## POVZETEK

Postopek za izboljšanje na pritisk občutljivih adhezivov

Prikazan je postopek za izboljšanje lastnosti na pritisk občutljivih adhezivov pri temperaturah pod  $-17,7^{\circ}\text{C}$ . Etilenoksidni/propilenoksidni blok sopolimer dodamo k adhezivu in proizvedemo izboljšano lastnost odpornosti lupljenja.