

(19) DANMARK



DIREKTORATET FOR  
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 145085 B

(21) Ansøgning nr. 5127/73

(51) Int.Cl.<sup>3</sup> C 09 J 7/02

(22) Indleveringsdag 19. sep. 1973

(24) Løbedag 19. sep. 1973

(41) Alm. tilgængelig 20. mar. 1975

(44) Fremlagt 23. aug. 1982

(86) International ansøgning nr. -

(86) International indleveringsdag -

(85) Videreførelsesdag -

(62) Stamansøgning nr. -

(30) Prioritet -

(71) Ansøger PERMACEL, New Brunswick, US.

(72) Opfinder Ralf Korpman, US.

(74) Fuldmægtig Th. Ostenfeld Patentbureau A/S.

(54) Fremgangsmåde til fremstilling  
af en trykfølsom adhæsivfolie  
under ekstrudering af adhæsivet.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til fremstilling af normalt klæbende og trykfølsomme klæbefolier og -strimler uden anvendelse af opløsningsmidler og nærmere betegnet en sådan fremgangsmåde, hvor adhæsivet opvarmes til en temperatur, der ligger over klæbekomponentens smeltepunkt eller smeltetemperatur, og anbringes på en underlagsfolie til dannelse af et laminat.

Der har været gjort forsøg på at fremstille termoplastiske præparater, der kan anvendes som varmesmelter, men alligevel vil være normalt klæbende og trykfølsomme efter afkøling. Hvis disse adhæsiver overhovedet har vist sig at være trykfølsomme, har de kun været i stand til at udvise en ringe grad af klæbeevne i halvklæbende trykfølsomme adhæsivprodukter, såsom mærkatudgangsmateriale og lignende. Beskrivelsen til USA patent nr. 3.239.478 omhandler en ny type adhæ-

siv, som omfatter en elastomer og termoplastisk A-B-A blokpolymer, en fast klæbemiddelharpiks og en olie som strækkemiddel. Skønt det siges, at dette adhæsiv kan benyttes som varmt smeltende adhæsiv ved høje olieindhold, besidder det resulterende produkt meget dårlige egenskaber og er utilfredsstillende som trykfølsomt adhæsiv til de fleste anvendelser.

Et andet forsøg på at fremstille termoplastiske præparater af den nævnte art foreslås i USA patentskrift nr. 3.592.710, hvori der beskrives en fremgangsmåde til opvarmning og blanding af et partikelformigt præparat af elastomere og termoplastiske blokpolymere og ekstrudering af præparatet ved en forholdsvis høj matricetemperatur, dvs. ca. 205°C, til dannelse af en trykfølsom adhæsivfilm. I overensstemmelse med dette patentskrift anbringes adhæsivet imellem to folier, dvs. en underlagsfolie og et dækpapir, til dannelse af et laminat, som kan oprulles til opbevaring og håndtering. Dette er atter den produkttype, som almindeligvis anvendes til fremstilling af mærkater med et dækark, som fjernes lige før anvendelse. Dette adhæsivprodukt har ikke de gode klæbe- og fastholdelsesegenskaber som den adhæsivfolie, der fremstilles ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, og er ikke egnet til de for de trykfølsomme adhæsiver af industriel type normale anvendelser.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen adskiller sig både ved de anvendte materialer og de anvendte fremstillingsbetingelser fra den fra USA patentskrift nr. 3.592.710 kendte teknik. Temperaturbetingelserne er forskellige, og der sker ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen en trækning af den ekstruderede film, således at filmens tykkelse reduceres til 20% af tykkelsen ved dysen eller derunder, og ekstrusionen og trækningen sker under styring af temperaturen, således at blandingens viskositet holdes inden for visse nærmere angivne grænser. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen har det ved kombineret anvendelse af en specifik type block-copolymer i præparaterne og specifikke ekstrusionsbetingelser vist sig muligt ved en ekstrusionsfremgangsmåde at fremstille trykfølsomme adhæsivstrimler med de fortræffelige egenskabskarakteristika i form af høj hurtigklæbe- og fastholdelsesstyrke, som hidtil kun er opnået ved anvendelse af uhærdede opløsningsmiddelstøbte klæbesystemer.

Den omhandlede fremgangsmåde, som er af den i krav 1's indledning angivne art, er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del anførte.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen ekstruderes adhæsivet ved en moderat temperatur, dvs. en temperatur, som ikke overstiger 177°C, fortrinsvis ved en temperatur på 149-166°C, og ved en kontrolleret viskositet, dvs. en viskositet på 750.000 til 2.000.000 cps (målt ved en

forskydningshastighed på  $10^{-1}$  sekund) og varmtrækkes til væsentlig formindskelse af dens tykkelse, dvs. en formindskelse på mindst 5 gange, i mange tilfælde 20 eller flere gange, før lamineringen med underlagsfolien. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan den varme ekstruderede og trukne film lamineres direkte med underlagsfolien og derpå oprulles til opbevaring uden behov for en dækfolie. Dette sker ved at drive, dvs. presse den varme adhæsivfilm imod underlagsfolien til opnåelse af tæt kontakt dermed under anvendelse af en specielt præpareret frigørelsesvalse, der trykker direkte på overfladen af laminatets adhæsivlag, idet der fortrinsvis anvendes en forsæt trykspalte, som beskrives nærmere i det følgende.

Det er vigtigt at styre ekstrudatets viskositet som antydnet for at bevare filmen uskadt og modvirke fejl i filmen som følge af spaltning eller brud under varmtrækning. Foruden at kontrollere viskositeten formindsker den moderate ekstrusionstemperatur adhæsivomdannelse som følge af oxygenpåvirkning ved høje temperaturer og tillader hurtigere produktionshastigheder, da den formindsker den nødvendige tid til afkøling, før det klæbende laminat oprulles.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen anvendes en adhæsivblanding, som er praktisk taget fri for olie, og som omfatter en særlig type termoplastisk elastomer bestanddel og 25-125 vægtdele af en klæbemiddelharpiksbestanddel pr. 100 vægtdele af den elastomere bestanddel, idet klæbemiddelharpiksbestanddelen er blandbar dermed og har et smeltepunkt på mindst  $40^{\circ}\text{C}$  og en antalsmiddelmolekylvægt på under 1500, hvilken klæbemiddelharpiks er udvalgt blandt faste smeltelige harpikser og en blanding af faste smeltelige harpikser og flydende harpikser. Den termoplastiske elastomere bestanddel omfatter 75-100% af en termoplastisk og elastomer blokcopolymer med strukturen A-B-A, hvor A betegner en termoplastisk polymer blok afledt af styren, dvs. et polymerisat af styren eller styrenhomologe, og B betegner en elastomer polymer blok afledt af isopren, dvs. et polymerisat af isopren enten alene eller sammen med en lille del af andre monomere og 0-25% af en elastomer i form af homopolymere og copolymere af vilkårlig (random) opbygning, hvori en komponent er en dien. I de omhandlede blokcopolymere har de individuelle A-blokke en antalsmiddelmolekylvægt på mindst ca. 7000 og fortrinsvis i intervallet fra ca. 12.000 til ca. 30.000, og A-blokkene udgør 8 til 35, og fortrinsvis 12 til 25 vægtprocent af blokcopolymeren. Den ovennævnte A-B-A blokcopolymer kan anvendes som den eneste elastomere bestanddel i adhæsivet, og det foretrækkes, at de elastomere i det væsentlige består af denne type blok-

polymer. Som imidlertid antydtes ovenfor kan adhæsivet omfatte 0-25 vægtprocent af den termoplastiske elastomerkomponent af en yderligere mere konventionel dieneelastomer, såsom naturgummi, eller polymere baseret på butadien, isopren, butadienstyren (SBR-gummi), butadien-acrylonitril (NBR-gummi), butylgummi eller lignende og kan også omfatte andre blokpolymere baseret på sådanne dieneelastomere.

Et hvilket som helst konventionelt foreneligt fast klæbemiddel eller en blanding af sådanne klæbemidler, som f.eks. kolofonium eller kolofoniumderivater, polyterpener, cumaronindener, carbonhydridharpiks eller lignende, kan anvendes. En foretrukken fast klæbemiddel-harpiks til anvendelse i klæbefolierne og -strimlerne ifølge opfindelsen er en carbonhydridharpiks stammende fra en  $C_5$ -fraktion af alifatiske jordoliederivater og indeholdende i det mindste ca. 40 vægtprocent bestanddele afledt af piperylen og andre diener, idet resten er afledt af monoolefiner. Den med "Wingtack 95" benævnte harpiks, som markedsføres af Goodyear Tire and Rubber Company, er et eksempel på et sådant klæbemiddel. Denne klasse af harpiks giver en optimal balance mellem klæbning og høj-temperaturregenskaber. De flydende klæbemidler kan udvælges blandt flydende carbonhydridharpiks og flydende kolofonium-estere eller lignende. I almindelighed er faste klæbemiddelharpiks af den type, som er sprøde eller skøre ved ca.  $24^{\circ}\text{C}$  og normalt har blødgøringspunkter over ca.  $60^{\circ}\text{C}$ , hvorimod flydende klæbemiddelharpiks er væsker ved ca.  $24^{\circ}\text{C}$  under på andre måder normale omgivelsesbetingelser. Som antydtes ovenfor skal enhver blanding af faste og flydende klæbemidler ifølge den foreliggende opfindelse have et smeltepunkt på mindst  $40^{\circ}\text{C}$ . Ydermere kan kun mindre mængder flydende klæbemiddel anvendes i en sådan blanding.

Fortrinsvis har både den termoplastiske elastomere bestanddel og klæbemiddelharpiksbestanddelen ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen form af tørre partikler, som blandes grundigt, før de fødes til ekstruderen. Det er meget vigtigt ved denne udformning af opfindelsen, at middelpartikelstørrelsen af disse to bestanddele styres i forhold til hinanden. Ved anvendelse af adhæsivformuleringen bør den gennemsnitlige tværdimension af partiklerne før blandingen af den termoplastiske elastomere (blokpolymere) bestanddel være 2-6 mm, og størrelsen af klæbemiddelharpikspartiklerne bør kontrolleres, således at den gennemsnitlige tværdimension af en hovedvægtmængde af klæbemiddelharpikspartiklerne er 4-10 mm, og således at ikke mere end 35 vægt-%, fortrinsvis mindre end 20 vægt-% af klæbemiddelpartiklerne, er i stand til at

passere igennem en U.S. nr. 12 sigte med åbninger målende ca. 1,68 mm i gennemsnitlig tværdiameter. Det ovenfor angivne forhold mellem partikelstørrelser er vigtigt for at sikre, at de blandede partikler af begge bestanddele smelter ensartet og ikke agglomererer eller danner klumper ved tillednings- eller fødningsdelen af ekstruderen, hvilket vil hindre tilstrækkelig fødningsdel af ekstruderen og forårsage uensartede ekstrusionsegenskaber.

Det foretrækkes også, at et skillemiddel i form af et ikke-klæbende pulver sættes til de elastomere partikler til modvirkning af disse partiklers tilbøjelighed til at agglomerere eller danne klumper såvel under pulverisering som før og efter de er blandet med klæbemiddelpartiklerne. Forskellige materialer, såsom aluminiumhydrat, zinkoxid, talkum, titaniumdioxid eller lignende, kan anvendes, men det foretrækkes at anvende et ikke-slibende uorganisk pulveriseret fyldstof. Ca. 5 til ca. 7 vægtprocent skillemiddel på basis af den termoplastiske elastomerbestanddel har vist sig at være ønskværdigt til dette formål, men højere mængder kan anvendes, hvis det også er hensigten, at pulveret skal virke som fyldstof i den endelige adhæsivblanding.

I den udformning af den foreliggende opfindelse, hvor adhæsivbestanddelen fødes til ekstruderen i form af tørre partikler, er det vigtigt, at partikelblandingen indføres i ekstruderens tillednings- eller fødningsdel ved en ekstrudersnekke-temperatur, som ligger væsentligt over harpikspartiklernes smeltepunkt, f.eks. over  $204^{\circ}\text{C}$  og fortrinsvis over  $232^{\circ}\text{C}$ . Dette sikrer, at klæbemiddelharpiksen smeltes hurtigt til tilvejebringelse af en matrix til opløsning eller dispergering af de termoplastiske elastomere partikler, før nogen af partikeltyperne har mulighed for at agglomerere. Således er der ved denne udformning af opfindelsen en temperaturforskel mellem ekstrudertilledningen og ekstruderhovedet på mindst  $27^{\circ}\text{C}$ , og fortrinsvis mindst  $55^{\circ}\text{C}$ .

Skønt det foretrækkes, at den termoplastiske elastomere bestanddel og klæbemiddelharpiksbestanddelen indføres sammen i ekstruderens fødningsdel på tør partikelform, er der forskellige andre metoder, som i overensstemmelse med opfindelsen kan anvendes ved indfødningsdel af disse bestanddele i ekstruderen. F.eks. kan den flydende harpiksdel (hvis en sådan anvendes) af klæbemiddelbestanddelen indføres direkte i ekstruderen ved hjælp af en sidegrensekstruder eller pumpe, efter at de tørre partikler er indført i fødningsdelen. Tilsvarende kan enten de

tørre klæbemiddelharpikspartikler for sig selv eller sammen med et flydende klæbemiddel indføres via en sidegrensekstruder efter indfødning af de termoplastiske elastomere partikler i fødningsdelen. En alternativ udformning er at blande alle bestanddelene i et særskilt trin før indfødning af materialet i ekstruderen. F.eks. kan den termoplastiske elastomerebestanddel og klæbemiddelharpiksbestanddelen blandes i et apparat, såsom en "Banbury mixer", der frembringer en blanding, som så kan omdannes til fast strimmelform og indfødes i ekstruderen. Naturligvis medfører denne metode et yderligere trin, som forøger omkostningerne ved fremgangsmåden.

Det er også hensigten med fremgangsmåden ifølge opfindelsen, at man til forskellige formål kan anvende konventionelle additiver i adhæsivpræparatet. F.eks. kan antioxidant, såsom 2,5-di-tert-amylhydroquinon og tert-butylcresol, anvendes såvel som konventionelle varmostabilisatorer, såsom zinksalte af alkyldithiocarbamater. UV-absorberingsmidler kan også sættes til adhæsivet, når der kræves forbedret vejrbestandighed. Konventionelle uorganiske fyldstoffer, pigmenter og farvemidler, såsom zinkoxid, aluminiumhydrat, sod (carbon black), ler, calciumcarbonat, titaniumdioxid, m.m., kan anvendes til strækning af adhæsivet og ændring af dets udseende eller fysiske egenskaber. De fleste af disse materialer er blevet nævnt ovenfor som mulige skillemidler. Imidlertid skal oliestrækkemidler og lignende materialer i enhver væsentlig mængde undgås som additiver for at opnå de for de klæbende og trykfølsomme klæbefolier og -strimler ifølge opfindelsen ønskede egenskaber.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen fremstilles trykfølsomme adhæsivprodukter, som besidder stor klæbeevne og fremragende fastholdelsesegenskaber. Ydermere indeholder det resulterende adhæsivlag ingen bobler og er helt homogent i udseende og fysiske egenskaber. Ved fremgangsmåden kan der opnås særdeles høje produktionshastigheder, og atmosfærisk forurening og brandfare undgås, da der ikke er behov for noget opløsningsmiddel ved adhæsivets påføring. Som et resultat heraf formindskes fremstillingsomkostningerne væsentligt.

Andre og yderligere fordele ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen vil fremgå for fagmanden af det følgende, idet opfindelsen belyses i forbindelse med tegningen, som i et principskema viser fremstillingen og blandingen af de partikelformede bestanddele i overensstemmelse med en foretrukken udformning af opfindelsen i kombination med et skematisk billede, dels i snit og dels i vertikal projektion af apparaturet

til ekstrudering af disse bestanddele og laminering af det resulterende adhæsiv med en underlagsfolie til dannelse af et normalt klæbende og trykfølsomt adhæsivfolieprodukt.

Idet der nu henvises til principskemadelen af tegningen, er der tilvejebragt udmålings- og fødebeholdere eller tilsvarende anordninger 11 og 12 til fødnings af udmålte mængder henholdsvis af den termoplastiske elastomere bestanddel (i det følgende af bekvemmelighedsgrunde undertiden benævnt "de elastomere partikler" eller "den elastomere") og det pulverformede skillemiddel til et pulveriserings- eller findelingsapparat 13, som formindsker størrelsen af de elastomere partikler, efterhånden som de tilføres. Den elastomere i form af den omhandlede A-B-A blokpolymer tilføres typisk som forholdsvis store partikler med en gennemsnitlig tværdimension i intervallet mellem 10 og 20 mm. Findelingsapparatet 13 blander disse partikler med det pulverformede skillemiddel og formindsker partiklernes størrelse til omkring 4 mm, dvs. ca. 2-6 mm i gennemsnitlig tværdimension, og skillemidlet sikrer, at disse partikler ikke klæber sammen eller agglomererer i findelingsapparatet. Findelingsapparatet 13 føder på sin side de findelte elastomere partikler til en udmålings- og fødebeholder 14, hvorfra de fødes til en blander 15, der er indrettet til forsigtigt at blande de elastomere partikler med klæbemiddelharpikspartiklerne, som fødes til blanderen fra en udmålingsbeholder 16, i hvilken klæbemiddelharpikspartiklerne fyldes, og blanderen er indrettet til at føde blandingen af bestanddele med den ønskede hastighed til ekstruderen 20. Det er vigtigt, at blanderen 15 har en forholdsvis blid virkning for at undgå skabelsen af for store mængder findelt harpiks, og en langsomtgående konusblander har vist sig tilfredsstillende til dette formål. De forskellige andre materialer, såsom antioxidant, pigmenter, etc., nævnt ovenfor, kan sættes til præparatet i mindre mængder enten ved blanderen eller ved findelingsapparatet.

Ekstruderen 20 omfatter en snekkecylinder 21 med en tillednings- eller fødningsdel 22 i den ene ende og et overgangsstykke 23 i den anden ende. De partikelformede bestanddele indføres fra blanderen 15 i en fødebeholder 24 og fra fødebeholderen 24 i ekstruderens tilledningsdel 22. Derpå blandes bestanddelene grundigt og opvarmes over klæbemiddelharpikspartiklernes smeltepunkt til dannelse af en varm viskos blanding, og blandingen tvinges igennem snekkecylinderen 21 og overgangsstykket 23 af det tryk, som skabes ved rotation af ekstrudersnekken 25 anbragt til rotation på fritbærende måde i snekkecylinderen 21, indtil det varme viskose adhæsivpræparat når et dysehoved 26

forbundet med overgangsstykket. Bestanddelene opvarmes ved varmeoverføring fra ekstrudersnekken 25 og ved varme skabt ved ekstrusionsprocessen, idet væggene af tilledningsdelen af ekstruderen over snekken 25 kan være afkølet for at undgå for tidlig smeltning af klæbemiddel-harpikspartiklerne og derved undgå sammenklumpning af klæbemiddelpartiklerne, før de har nået snekken. Til slut passerer det varme viskose præparat igennem en langstrakt sidevårts åbning 27 i dysehovedet 26. Det bør bemærkes, at ekstruderen kun er vist meget skematisk, da dens virkelige udformning er betydeligt mere kompliceret. F.eks. er det, som kendt af fagmanden, nødvendigt at udforme snekken til ekstrudere af denne type på en særlig måde, som afhænger af det behandlede materials nøjagtige viskoelastiske egenskaber, og både snekken 25 og snekkecylindren 21 kan omfatte adskillige sektioner både for fødnings og blanding af bestanddelene. Da styringen af temperatur og tryk er af største vigtighed i et sådant apparatur, kan der på tilsvarende måde tilvejebringes organer langs hele ekstruderen til styring af temperatur og tryk i de forskellige sektioner deraf. Disse organer kan omfatte opvarmnings- og afkølingsanordninger til styring af temperatur og ventiler til styring af tryk, skønt sidstnævnte parameter normalt styres ved hjælp af dimensionerne af snekken 25 og snekkecylindren 21 samt det frie rum imellem snekken og snekkecylindren. Tilsvarende er det særdeles vigtigt at kontrollere størrelsen af dyseåbningen 27 og ekstrudatets temperatur ved dysen, da disse parametre ikke kun bestemmer tykkelsen af den ekstruderede adhæsivfilm ved dysehovedet og ekstrusionshastigheden, men i høj grad styrer trykket i den ende af ekstruderen.

Som antydnet ovenfor er det vigtigt ved denne udformning af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, at snekketemperaturen ved ekstrudertillednings- eller -fødningsdelen 22 kan holdes på en forholdsvis høj værdi, dvs. over  $204^{\circ}\text{C}$ , for at sikre, at bestanddelene blandes grundigt og for at modvirke, at harpikspartiklerne agglomererer. Derfra og til udledningsdelen af ekstruderen ved overgangsstykket 23 styres temperaturen nøje som antydnet ovenfor og formindskes væsentligt, da dysehovedtemperaturen skal være moderat, dvs. ikke over  $177^{\circ}\text{C}$  og fortrinsvis  $149-166^{\circ}\text{C}$ , for at bevare filmen uskadt. Dette kræver en temperaturforskul imellem ekstrudertilledningen og dysehovedet på mindst  $27^{\circ}\text{C}$ , og fortrinsvis på over  $55^{\circ}\text{C}$ . Som det er kendt i teknikken, kan dysehovedtemperaturen varieres noget, dvs. hæves eller sænkes i forhold til temperaturen ved ekstruderens udledningsende eller tilledningen til overgangsstykket 23. Dette kan også ske ved hjælp af konventionelle opvarmnings- eller afkølingsorganer.

Dyseåbningen er en langstrakt spalte, der vises i tværsnit på tegningen. Længden af denne spalte 27 bestemmer adhæsivfilmens bredde, og bredden af spalten bestemmer dens tykkelse til at begynde med. Det foretrækkes, at dysepaltes bredde kan indstilles til afpasning efter variationer i ekstrudatets viskoelastiske egenskaber forårsaget af variationer i adhæsivets bestanddele. Tegningen viser en forholdsvis tyk adhæsivfilm 28, der som et tæppe passerer nedad igennem dyseåbningen 27 og kommer i kontakt med en underlagsfolie 29, som passerer over en dreven lamineringsvalse 31 anbragt direkte under dysehovedet 26. Underlagsfolien 29 afvikles fra en forsyningsvalse 30 og trækkes under en ikke-dreven ledevalse 40, før den når lamineringsvalsen 31. Lamineringsvalsen 31 danner en trykspalte sammen med en særligt udformet, dreven, siliconebelagt frigørelsesvalse 32 anbragt bort fra ekstruderens udledningsende. Den ekstruderede adhæsivfilm eller tæppet 28, som det undertiden benævnes, er varm og klæbrig og adhærer til underlaget 29, så snart det kommer i kontakt dermed. Den klæbrige film kan således strækkes i længderetningen ved at lade underlagsfolien løbe over lamineringsvalsen 31 med en lineær hastighed, som er større end den lineære ekstrusionshastighed for filmen. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen er den lineære hastighed for underlagsfolien 29 væsentlig større end den lineære ekstrusionshastighed med henblik på at trække eller strække adhæsivfilmen i længderetningen, således at dens tykkelse i det mindste formindskes 5 gange, dvs. til ca. 20% af tykkelsen af filmen 28 ved dysen. Som det imidlertid antydes ovenfor, kan filmtykkelsen imidlertid formindskes til ca. 5% af tykkelsen ved dysen eller endog endnu mere afhængende af egenskaberne af produktet, som bearbejdes. Dette varmtrækningstrin er vigtigt ved udøvelsen af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, da det bevirker, at den varme klæbrige film 28 kommer, dvs. bliver trukket, i nær adhærerende kontakt med underlaget og samtidig gør det muligt at ekstrudere det højviskose adhæsivpræparat ifølge opfindelsen uden at skabe uønsket modtryk i ekstruderen. Som antydnet ovenfor er det meget vigtigt, at viskositeten af det varme klæbrige ekstruderede materiale styres, således at den varme film ikke spalter eller trækkes fra hinanden, men opretholder sin ensartethed under trækning og laminering, medens modtrykket indeni dysen 26 på samme tid styres. Den kontrollerede viskositet af ekstrudatet bør være 750.000 til 2.000.000 cps målt ved en forskydningshastighed på  $10^{-1}$  sekunder. Skønt det under visse betingelser og med nogle af de omhandlede adhæsivpræparater er muligt at opnå tilstrækkelig stærk binding imellem det ekstruderede adhæsiv og underlagsfolien

ved simpelthen at trække adhæsivet i tæt kontakt med underlaget, foretrækkes det, at frigørelsesvalsen 32 øver tryk direkte på den adhæsive side af det nye laminat 33 for at sikre, at det varme adhæsiv presses imod underlaget til opnåelse af intim kontakt også med ethvert mellemrum, underlaget kan besidde, for at tilvejebringe den stærke binding, som normalt er nødvendig, imellem adhæsivlaget og underlaget i trykfølsomme adhæsivstrimler af høj kvalitet. Da adhæsivet er varmt og klæbrigt, skal frigørelsesvalsen imidlertid være specielt udformet til dette formål for at tilvejebringe den nødvendige frigørelse imellem valsen og adhæsivet til modvirkning af overførsel af adhæsivet på valsen og andre forhold, som vil kunne forårsage alvorlige produktionsstop. Af denne årsag er det også ønskværdigt, at apparaturet er udformet til opnåelse af maksimal binding imellem adhæsivet og underlagsfolien, før trykspalten mellem lamineringsvalsen og frigørelsesvalsen nås, hvorved det nødvendige tryk på dette sted til fuldendelse af lamineringen formindskes. Åbningen imellem disse to valser og trykket i trykspalten kan derfor indstilles. Da det under visse betingelser tilsvarende kan være ønskværdigt at ekstrudere den varme film eller tæppet 28 direkte i trykspalten imellem lamineringsvalsen 31 og frigørelsesvalsen 32, er dysen 26 og valserne 31 og 32 indstillelige i forhold til hinanden i længderetningen, således at dysespalten 27 kan anbringes direkte over trykspalten eller med henvisning til tegningen endog en smule til højre for trykspalten. Fra trykspalten trækkes det nye laminat af adhæsiv og underlagsfolie delvis rundt om frigørelsesvalsen 32 og så rundt om en ikke-drevet ledevalse 34 til en drevet opviklingsvalse 35, hvorpå folien opvikles. Den moderate temperatur, ved hvilken adhæsivet ekstruderes, formindsker graden af afkøling, som er nødvendig imellem lamineringstrinet og opviklingstrinet for at tillade, at klæbestrimlen kan opvikles i form af en rulle uden uønskede resultater.

Adhæsivfolien på denne opviklingsvalse kan opbevares på denne form og derpå skæres i strimler af mindre bredde og genopvikles i de for normalt klæbrige og trykfølsomme adhæsivstrimler anvendte mindre ruller under anvendelse af konventionelle metoder.

De følgende eksempler tjener til belysning af fremgangsmåden ifølge opfindelsen. I eksemplerne er alle mængdeforhold givet i vægtdele pr. 100 vægtdele af den termoplastiske elastomere bestanddele, med mindre andet anføres.

Eksempel 1

Et foretrukket adhæsiv fremstilles ifølge opfindelsen ud fra følgende bestanddele på partikelform:

| <u>Bestanddele</u>                               | <u>Vægtdele</u> |
|--------------------------------------------------|-----------------|
| "Kraton 1107" termoplastisk elastomer bestanddel | 100             |
| "Wingtack 95" klæbemiddelharpiks                 | 80              |
| Antioxidanter                                    | 3               |
| Pulverformet aluminiumhydrat skillemiddel        | 6               |

"Kraton 1107" er en termoplastisk elastomer A-B-A blokpolymer, som markedsføres af Shell Chemical Company, i hvilken blokpolymer styren-indholdet (indholdet af A-blokkene) udgør ca. 12 til ca. 15 vægtprocent og nærmere 15 vægtprocent af blokpolymeren, og polymeren besidder en opløsningsviskositet på ca. 2000 cps ved 25% faststof i toluen ved stuetemperatur (under anvendelse af et Brookfield viskosimeter med en nr. 4 spindel ved 60 omdrejninger pr. minut) og en antalsmiddelmolekylvægt på ca. 110.000 til ca. 125.000.

"Wingtack 95"-harpiksen er en syntetisk klæbemiddelharpiks overvejende bestående af polymeriserede bestanddele afledt af piperylen og isopren, idet forholdet mellem piperylen- og isoprenafledte bestanddele mindst er ca. 8 eller 9:1, og idet resten er afledt af monoolefiner. Den omhandlede harpiks er polymeriseret fra en fraktion af alifatiske jordoliederivater i form af diener og monoolefiner med 5 eller 6 carbonatomer i fuld overensstemmelse med den i USA patentskrift nr. 3.577.398 omtalte almene teknik. Denne harpiks besidder et smeltepunkt på ca. 95°C og markedsføres af Goodyear Tire and Rubber Company.

"Kraton 1107"-elastomeren fås i partikler med en gennemsnitlig tværdimension i intervallet fra ca. 10 til ca. 20 mm og fødes til findelingsapparatet sammen med aluminiumhydratpulveret. Findelingsapparatet 13 bryder de store elastomere partikler i mindre partikler med en gennemsnitlig tværdimension på ca. 2 til ca. 4 mm. Derpå fødes de pudrede elastomere partikler i en blander, hvori de forsigtigt blandes med "Wingtack 95"-harpikspartiklerne på en sådan måde, at ikke mere end ca. 20 vægtprocent af den totale mængde harpikspartikler findes, og den gennemsnitlige tværdimension af hovedparten af harpikspartiklerne ligger på ca. 4 til ca. 10 mm. Antioxidanterne, som er konventionelle materialer af den ovenfor beskrevne type, sættes også til bestanddelene i blanderen.

Den færdige blanding føres så til ekstruderens indfødningsdel, og tilledningssnekketemperaturen holdes på ca.  $232^{\circ}\text{C}$ . Bestanddelene blandes grundigt i ekstruderen og føres igennem dennes fødnings-, transport- og udmålingssektioner, indtil de når snekkerørets udledningsende, som holdes på en temperatur på ca.  $154^{\circ}\text{C}$ , og ledes så igen gennem dyseåbningen ved en smeltetemperatur på  $163^{\circ}\text{C}$  og en viskositet på 1.150.000 cps målt ved en forskydnings hastighed på  $10^{-1}$  sekunder. Dysepalten er indrettet således, at den ekstruderede films tykkelse til at begynde med er ca.  $510\text{ }\mu$ . Den varme og viskose film flyder ned til kontakt med et imprægneret krepet kraftpapirunderlag med en tykkelse på ca.  $165\text{ }\mu$ , hvilket underlag bevæger sig med en langt større lineær hastighed end ekstrusionshastigheden og derved strækker adhæsivfilmen og formindsker dens tykkelse til ca.  $33\text{ }\mu$ , eftersom filmen under trækningen kommer i adhæsiv kontakt med dens øvre overflade under papirets passage omkring lamineringsvalsen. Den modsatte side eller bagsiden af underlagspapiret er præpareret med et konventionelt slipmiddel for at sikre, at adhæsivet vil slippe fra bagsiden af underlagsstrimlen, når den med adhæsivlaget laminerede underlagsstrimmel afvikles fra de ruller, hvori den vil blive opviklet. Derpå passerer det belagte underlag igennem trykvalsen imellem lamineringsvalsen og frigørelsesvalsen, og frigørelsesvalsen kommer i kontakt med det varme adhæsiv og trykker derimod til frembringelse af mere intim kontakt med papirunderlaget. Derpå passerer det resulterende laminat yderligere omkring lamineringsvalsen og derpå til opviklingsvalsen, som beskrevet ovenfor. Det færdige opviklede produkt på opviklingsvalsen udskæres så i trykfølsomme adhæsivstrimler af en bredde på ca. 25 mm, hvilke strimler på sin side opvikles med strimlens adhæsive side indad til dannelse af små ruller, hvorfra strimlen kan forbruges. Den resulterende adhæsive strimmel besidder høj klæbeevne og fremragende fastholdelsesegenskaber. Det adhæsive lag er glat og ensartet og fuldstændig frit for bobler. Således har det ikke kun et fremragende udseende, men besidder fremragende fysiske egenskaber som følge af overfladesammenhæng og det ekstruderede adhæsivpræparats viskoelastiske egenskaber.

#### Eksempel 2

Følgende adhæsivpræparat blandes, ekstruderes, anvendes til belægning og tildannes i form af strimler som beskrevet i eksempel 1 under praktisk taget de samme betingelser:

| <u>Bestanddele</u>                                     | <u>Vægtdele</u> |
|--------------------------------------------------------|-----------------|
| "Kraton 1107" termoplastisk elastomer bestanddel       | 100             |
| "Foral 105" bindemiddelharpiks                         | 110             |
| Flydende ethylenglycolester af hydrogeneret kolofonium | 10              |
| Antioxidanter                                          | 3               |
| Pulveriseret aluminiumhydrat skillemiddel              | 6               |

Den resulterende normalt klæbende og trykfølsomme adhæsivstrimmel har også fremragende udseende og fysiske egenskaber som beskrevet i forbindelse med den i eksempel 1 omhandlede strimmel. "Foral 105" klæbemiddel er en pentaerythritolester af en højt stabiliseret kolofoniumharpiks med et smeltepunkt på 105°C og markedsføres af Resins Division of Hercules, Inc. Den flydende kolofoniumharpiks tilsættes via en med ekstruderen forbundet sidegrenspumpe.

#### Eksempel 3

Det følgende præparat blandes, ekstruderes og bruges ved fremstillingen af klæbestrimler som beskrevet i de foregående eksempler:

| <u>Bestanddele</u>                        | <u>Vægtdele</u> |
|-------------------------------------------|-----------------|
| S-I-S blokpolymer (25% styren)            | 100             |
| "Piccolyte S115" klæbemiddelharpiks       | 60              |
| Antioxidanter                             | 3               |
| Pulveriseret aluminiumhydrat skillemiddel | 6               |

I dette eksempel er den termoplastiske elastomere bestanddel en A-B-A blokpolymer, hvor styren-A-blokkene udgør 25 vægtprocent af den polymere, og de individuelle A-blokke har en antalsmiddelmolekylvægt på ca. 16.500. Isopren-B-blokkene besidder en antalsmiddelmolekylvægt på ca. 100.000. "Piccolyte S115"-harpiksen er en polyterpenharpiks af beta-pinen med et smeltepunkt på 115°C.

Af dette præparat fremstilles en trykfølsom klæbestrimmel under de i eksempel 1 ovenfor beskrevne betingelser, bortset fra at adhæsivet trækkes i en noget større udstrækning, således at den ved lamineeringen er ca. 25  $\mu$  tyk, og underlaget, hvorpå den anbringes, er en film af polyethylenterephthalat, som også er 25  $\mu$  tyk. De resulterende klæbestrimler har udmærket klæbeevne og fremragende egenskaber ved forhøjede temperaturer.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåde til fremstilling af en trykfølsom adhæsivfolie med høj klæbe- og fastholdelsesstyrke, ved hvilken en underlagsfolie forsynes med et lag af et adhæsiv omfattende en termoplastisk elastomer bestanddel og en klæbemiddelharpiksbestanddel i en mængde på 25 til 125 vægtdele pr. 100 vægtdele af den elastomere bestanddel, hvilken klæbemiddelharpiksbestanddel er blandbar med den elastomere bestanddel, hvorhos den termoplastiske elastomere bestanddel omfatter en vægtmæssig hovedbestanddel af en A-B-A blokcopolymer, hvori A er en termoplastisk polymer blok afledt af styren og B er en elastomer polymer blok afledt af isopren, samt eventuelt en dieneelastomer, k e n d e t e g n e t ved, at man opvarmer og grundigt blander den termoplastiske elastomere bestanddel og klæbemiddelharpiksbestanddelen til dannelselse af en varm viskos blanding, idet den termoplastiske elastomere bestanddel omfatter fra 75 til 100% af A-B-A blokcopolymeren, hvori A polymer blokken udgør fra 8 til 35 vægt-% af blokcopolymeren, og fra 0 til 25% af en dienehomopolymer eller en copolymer af vilkårlig opbygning, hvori en komponent er en diene, og idet klæbemiddelharpiksbestanddelen har en smeltetemperatur på mindst 40°C og en antalsmiddelmolekylvægt på under 1500 og er udvalgt blandt faste smeltelige harpikser og blandinger af faste smeltelige harpikser med flydende harpikser, ekstruderer blandingen gennem en langstrakt ekstruderingsdyse og trækker den ekstruderede film, således at dens tykkelse reduceres til 20% af tykkelsen ved dysen eller derunder, idet ekstrusionen og trækningen gennemføres ved en temperatur, der ikke overstiger 177°C, men er tilstrækkelig til at holde blandingens viskositet ved 750.000 til 2.000.000 cps., målt ved en forskydningshastighed på  $10^{-1}$  sek., bringer den varmtrukne film i intim kontakt med underlagsfolien for at få filmen til at danne et laminat dermed og lader laminatet afkøle.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at filmens tykkelse reduceres til 5 til 20% af tykkelsen ved dysen.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at den termoplastiske bestanddel og klæbemiddelharpiksbestanddelen blandes i et ekstrudersnekkerør forbundet med dysen, idet bestanddelene indføres samtidigt i ekstruderens indfødningsende.

4. Fremgangsmåde ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at den termoplastiske elastomere bestanddel og klæbemiddelharpiksbe-

standdelen begge er tørre partikler, og at partiklerne af den elastomere bestanddel og harpikspartiklerne blandes grundigt, før de indføres i ekstruderen.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 4, kendet ved, at de sammenblandede partikler indføres i tilledningen til en ekstruder ved en temperatur over  $204^{\circ}\text{C}$  og ekstruderes ved en temperatur på mindst  $27^{\circ}\text{C}$  under tilledningssnekke-temperaturen.

6. Fremgangsmåde ifølge krav 5, kendet ved, at den gennemsnitlige tværdimension af de termoplastiske elastomere partikler er 2 til 6 mm, og den gennemsnitlige tværdimension af en hovedvægtmængde af klæbemiddelharpikspartiklerne er 4 til 10 mm, idet ikke mere end 35 vægt-%, fortrinsvis mindre end 20% af klæbemiddelharpikspartiklerne er i stand til at passere igennem en United States Series No. 12 sigte med åbninger målende 1,68 mm i gennemsnitlig tværdimension.

7. Fremgangsmåde ifølge krav 6, kendet ved, at de termoplastiske elastomere partikler blandes med et pulverformet skillemiddel, før de blandes med klæbemiddelharpikspartiklerne.

Fremdragne publikationer:

GB patenter nr. 1243147, 1284296  
US patent nr. 3592710.

