(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 623 821**

(51) Int. CI.:

C09J 5/06 (2006.01)
C09J 11/06 (2006.01)
C09J 11/08 (2006.01)
B01J 13/02 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.04.2009 PCT/FR2009/050683**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **19.11.2009 WO2009138608**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.04.2009 E 09745927 (5)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.12.2016 EP 2265681**

(54) Título: **Composición estable destinada al ensamblaje desmontable de sustratos por encolado**

(30) Prioridad:

15.04.2008 FR 0852504

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.07.2017

(73) Titular/es:

RESCOLL (100.0%)
Enscpb 16 Avenue Pey Berland
33600 Pessac, FR

(72) Inventor/es:

PAPON, ERIC;
ALCORTA, JOSÉ y
OLIVE, MAXIME

(74) Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición estable destinada al ensamblaje desmontable de sustratos por encolado.

La presente invención se refiere a una composición de formulación estable, destinada al ensamblaje desmontable, en respuesta a una orden, de sustratos por encolado, y a un procedimiento de preparación de tal composición.

En la industria, existen numerosas composiciones destinadas al ensamblaje por encolado perfectamente adaptadas a las condiciones necesarias de resistencia mecánica, de resistencia a las temperaturas sufridas y a otros numerosos parámetros, tanto físicos como químicos.

Estas composiciones pueden estar constituidas por una base de polímero adhesiva y por lo menos por una sustancia específica que le confiere unas características particulares.

Se conocen, en particular, unas composiciones para el ensamblaje desmontable por encolado de dos sustratos, que contienen una sustancia activa que permite el desmontaje de los dos sustratos pegados sin degradarlos y sin modificar las cualidades del adhesivo. Estas composiciones se describen en particular en la solicitud de patente FR-2.877.349.

Sin embargo, aunque las composiciones conocidas den total satisfacción y sean particularmente adecuadas para el ensamblaje de sustratos por encolado, su formulación puede presentar importantes problemas de estabilidad.

En efecto, durante el almacenamiento de la composición antes de su utilización, o durante su realización, la sustancia activa tiene tendencia a reaccionar con la base de polímero adhesiva. La composición pierde entonces su eficacia y su utilización se hace difícil.

En el caso, por ejemplo, de las composiciones descritas en la solicitud de patente FR-2.877.349, la incorporación de la sustancia activa en la base de polímero adhesiva puede provocar una reducción muy clara del tiempo de almacenamiento (“shelf-life”) o del tiempo de fraguado (“pot-life”) del adhesivo, que puede traducirse en una gelificación muy rápida del adhesivo en su recipiente. Por ejemplo, cuando la composición está almacenada en un cartucho protegido de la humedad, como en el caso de un poliuretano monocomponente, se observa una gelificación del adhesivo en menos de una semana.

El documento US n.º 2006/219350 describe la incorporación de dos tipos de microcápsulas que tienen unas temperaturas de reacción diferentes. Las primeras, activables a baja temperatura, contienen el activador para el adhesivo. Las otras, activables a temperaturas más altas, contienen un agente de expansión destinado a debilitar la fuerza de adhesión cuando tiene lugar el despegado.

Asimismo, la presente invención tiene como objetivo paliar los inconvenientes de las composiciones adhesivas existentes destinadas al ensamblaje desmontable de sustratos por encolado, que comprende una base de polímero y por lo menos una sustancia activa, proponiendo una composición que permanezca estable durante el almacenamiento y que no modifique las propiedades del adhesivo.

Para este propósito, la invención tiene por objeto una composición destinada al ensamblaje desmontable de un primer sustrato y de un segundo sustrato por encolado, que comprende una base de polímero adhesiva y por lo menos una sustancia activa, caracterizada por que dicha sustancia activa está encapsulada en por lo menos una partícula de cera, con el fin de a evitar cualquier reacción con el material polímero adhesivo cuando tiene lugar el almacenamiento de la composición o durante su implementación. Preferentemente, dicha sustancia activa está microencapsulada en partículas de cera.

Por partícula de cera, se entiende cualquier partícula constituida de una matriz de cera, material de recubrimiento, que contiene la sustancia activa.

La invención abarca también un procedimiento de preparación de tal composición, que comprende las etapas siguientes:

- encapsular una sustancia activa en una matriz de cera con el fin de obtener unas partículas en las que está contenida dicha sustancia activa, e
- incorporar de dicha sustancia activa encapsulada en una base de polímero adhesiva.

Preferentemente, la encapsulación es una microencapsulación.

Por microencapsulación se entiende cualquier tecnología que permite la preparación de micropartículas individualizadas, constituida por una matriz de cera que contiene una materia activa.

Se describe ahora en detalle la invención.

La composición según la invención comprende una base de polímero adhesiva y una sustancia activa, destinada a hacer el ensamblaje desmontable, encapsulada en una o varias partículas de cera.

Por cera o matriz de cera se entiende cualquier cera, en particular las ceras de parafinas (alcanos que tienen un punto de fusión inferior a 100ºC) y las ceras de poliolefinas, en particular de polietilenos (poliolefinas que tienen un punto de fusión que puede ir hasta 130ºC).

Preferentemente, se trata de una cera a base de una o varias parafinas o polietilenos.

Por sustancia activa, se entiende en particular un agente de expansión químico.

Según un modo de realización particularmente adaptado, pero no limitativo, la sustancia activa que permite el desmontaje es un agente migrante, es decir un agente que, cuando la composición se utiliza para formar una junta entre un primer y un segundo sustrato, es capaz migrar a por lo menos una de las interfaces de dicha junta para generar una capa de baja cohesión. Cuando se aporta energía al agente migranteincorporado en la junta, se provoca su migración a la interfaz de dicha junta con otra junta o con un sustrato, generando así una capa de baja cohesión, que permite separar los elementos a nivel de la capa de baja cohesión. Según un modo de realización particularmente adaptdo, esta capa de baja cohesión consiste en una bolsa de gas generada por la descomposición de la sustancia activa.

De manera preferida, el agente migrantees p-toluenosulfonil-hidrazida (PTSH) o azodicarbonamida (ADC) acelerada o no.

La base de polímero adhesiva puede ser, por ejemplo, un poliuretano monocomponente reticulante con la humedad del aire.

La sustancia activa está encapsulada en una matriz de cera.

Preferentemente, la matriz de cera es a base de una o varias parafinas o de una o varias poliolefinas. Las poliolefinas pueden seleccionarse, en particular, entre los polietilenos.

Ventajosamente, las ceras, en particular las parafinas y las poliolefinas, presentan una baja energía de superficie, lo que les permite ser hidrófobas y asegurar una baja afinidad con los componentes del pegamento.

El carácter hidrófobo permite secar fácilmente las partículas formadas.

La baja afinidad con los componentes del pegamento permite limitar la reactividad de estos componentes y mejorar la estabilidad cuando tiene lugar el almacenamiento. En efecto, la sustancia activa, aislada de su entorno, no reacciona con la base de polímero adhesiva. Las partículas de cera que encapsulan la sustancia activa repelen el adhesivo, lo que evita cualquier reacción prematura, conservando al mismo tiempo las propiedades de la composición.

La composición puede así ser almacenada durante un mínimo de 90 días sin ningún riesgo de gelificación del adhesivo.

Además, al ser la matriz de las partículas de cera, ésta se ha fundido totalmente a la temperatura de activación de la sustancia encapsulada, y no presenta por lo tanto ningún obstáculo para la libre expansión de la sustancia activa para permitir el desensamblado, al contrario que otras matrices de polímeros.

La composición según la invención se puede obtener mediante un procedimiento que comprende las etapas siguientes:

- encapsular, preferentemente microencapsular, una sustancia activa con el fin de obtener unas partículas de cera en las que está contenida dicha sustancia activa, e

- incorporar dicha sustancia activa encapsulada en una base de polímero adhesiva.

La encapsulación de la sustancia activa se puede realizar por diferentes técnicas conocidas, en particular la gelificación térmica, la congelación de gotas, la coacervación simple o compleja, la evaporación de disolvente, la nebulización, el recubrimiento en lecho fluidizado o la esferonización.

El procedimiento se puede realizar en particular en agua por gelificación térmica con una cera que tiene una temperatura de fusión inferior a 95ºC, como una cera de parafina.

El procedimiento se puede realizar también por congelación de gota con una cera que tiene una temperatura de fusión más elevada que las ceras utilizadas en agua. Este procedimiento está adaptado, en particular, a los ensamblajes encolados que requieren una resistencia de varios minutos, incluso de varias horas, a temperaturas superiores a 100ºC. La congelación de gota consiste en enfriar con aire unas gotas de la mezcla fundida de cera y de sustancia activa.

Según un modo de realización particularmente adecuado, la encapsulación se realiza por gelificación térmica. En particular, el procedimiento de encapsulación para la preparación de la composición según la invención comprende las etapas siguientes:

- añadir una cantidad de una sustancia activa en agua desmineralizada calentada,
- añadir a continuación la misma cantidad de cera en estado fundido y agitar, y después
- añadir agua desmineralizada refrigerada y agitar hasta que la temperatura sea inferior al punto de fusión de la cera.

Cuando se añade cera, insoluble en agua, ésta se dispersa en forma de microgotitas, en las que se concentrará la sustancia activa. Después, cuando la mezcla se enfría repentinamente, la solidificación de la cera da unas partículas sólidas de tipo microesferas en las que se vierte la sustancia activa.

Ventajosamente, este procedimiento es fácil de realizar en laboratorio, y puede ser fácilmente transpuesto a escala industrial.

Se puede dar un ejemplo particular no limitativo de procedimiento de encapsulación para la preparación de una composición según la invención, que comprende la sucesión de las etapas siguientes:

- calentar agua desmineralizada,
- una vez que el agua está a la temperatura de referencia, añadir ADC acelerada bajo agitación y dejar agitar,
- añadir después parafina, por ejemplo una parafina 70-80, en estado fundido y dejar agitar,
- añadir agua desmineralizada refrigerada, debiendo la temperatura de la mezcla bajar por debajo del punto de fusión de la cera y después detener la agitación,
- filtrar la mezcla al vacío y secar el sólido con acetona para eliminar el agua, y después
- dejar secar las partículas al aire.

Se incorpora después ADC acelerada encapsulada en parafina, en una composición adhesiva a base de poliuretano monocomponente, por ejemplo una masilla para cristales de automóvil.

Se han realizado unos ensayos sobre una composición según la invención, en comparación con una composición de la técnica anterior.

Se han ensayado tres composiciones:

- C1: composición adhesiva sin sustancia activa,
- C2: composición adhesiva con sustancia activa no encapsulada, y
- C3: composición adhesiva con sustancia activa encapsulada, según la invención.

Para cada composición, se mide el flujo forzado (en g/min) antes y después del envejecimiento de 7 días a 40ºC. El flujo forzado se mide a una presión de 4 bars, un diámetro del agujero de 4 mm y una temperatura de 23ºC.

A partir de los valores obtenidos, se calcula después la variación de fluidez.

Los resultados obtenidos, expresados en porcentaje de variación, se presentan en la tabla siguiente:

	Variación antes/después del envejecimiento (%)
C1	3%
C2	46%
C3	< 17%

Se constata en primer lugar que la presencia de una sustancia activa en la composición C2 provoca perfectamente una variación muy fuerte de la fluidez después de 7 días de almacenamiento a 40ºC.

Estos resultados muestran también que esta variación está considerablemente disminuida con la composición C3 según la invención. Ventajosamente, la presente invención evita así una gelificación prematura del adhesivo cuando tiene lugar su almacenamiento.

REIVINDICACIONES

1. Composición destinada al ensamblaje desmontable de un primer sustrato y de un segundo sustrato por encolado, que comprende una base de polímero adhesiva y por lo menos una sustancia activa destinada a hacer el ensamblaje desmontable, caracterizada por que dicha sustancia activa está encapsulada en por lo menos una partícula de cera.

2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que la sustancia activa es un agente migrante.

3. Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que el agente migrante es p-toluenosulfonil-hidrazida.

4. Composición según la reivindicación 2, caracterizada por que el agente migrante es azodicarbonamida.

5. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la base de polímero adhesiva es un poliuretano monocomponente.

6. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la matriz de cera se selecciona de entre las ceras a base de parafina(s).

7. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que la matriz de cera se selecciona de entre las ceras a base de poliolefina(s).

8. Composición según la reivindicación 7, caracterizada por que la matriz de cera se selecciona de entre las ceras a base de polietileno(s).

9. Procedimiento de preparación de una composición según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que comprende las etapas siguientes:

- encapsular una sustancia activa, destinada a hacer el ensamblaje desmontable, en una matriz de cera con el fin de obtener unas partículas en las que está contenida dicha sustancia activa, e

- incorporar dicha sustancia activa encapsulada en una base de polímero adhesiva.

10. Procedimiento de preparación según la reivindicación 9, caracterizado por que la encapsulación es una microencapsulación.

11. Procedimiento de preparación según la reivindicación 9 o 10, caracterizado por que la encapsulación se realiza por gelificación térmica.

12. Procedimiento de preparación según la reivindicación 11, caracterizado por que la encapsulación comprende las etapas siguientes:

- añadir una cantidad de sustancia activa destinada a hacer el ensamblaje desmontable en agua desmineralizada calentada,

- añadir a continuación la misma cantidad de cera en estado fundido y agitar,

- añadir agua desmineralizada refrigerada, y agitar hasta que la temperatura sea inferior al punto de fusión de la cera.

13. Procedimiento de preparación según la reivindicación 9 o 10, caracterizado por que la encapsulación se realiza por congelación de gotas, coacervación simple o compleja, evaporación de disolvente, nebulización, recubrimiento en lecho fluidizado o esferonización.