



64
2 Ejen.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**FORMULACION DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A:
FEDERICO MANERO BRITO

JOSE

ASESOR: M. EN C. MARIA AMELIA CRUZ ESCARCEGA



**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

MEXICO, D. F.

1994



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

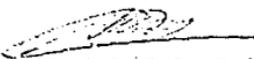
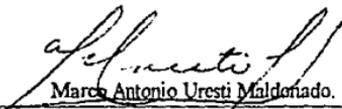
DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUÍMICA

Jurado Asignado	
Presidente	Prof. Maria Amelia Cruz Escárcega.
Vocal	Prof. Leonardo Ríos Guerrero.
Secretario	Prof. Eduardo Romero Nochebuena.
Primer Suplente	Prof. Marco Antonio Uresti Maldonado.
Segundo Suplente	Prof. Modesto Javier Cruz Gomez.
Sitio donde se desarrolló el tema	Laboratorio de Polímeros, Edificio E. Facultad de Química.
Asesor del Tema	 Maria Amelia Cruz Escárcega.
Supervisor Técnico	 Marco Antonio Uresti Maldonado.
Sustentante	 Federico José Manero Brito.

DEDICATORIA

*A MIS PADRES Y FAMILIA POR EL GRAN APOYO
MOSTRADO DURANTE MIS ESTUDIOS.*

AGRADECIMIENTOS

*AMELIA CRUZ Y MARCO URESTI.
AMIGOS Y PERSONAS QUE COLABORARON EN LA
REALIZACIÓN DE LA TESIS.
SHELL DE MÉXICO.
HÉRCULES DE MÉXICO.
EIS DE MÉXICO.*

ÍNDICE GENERAL

POR CAPÍTULOS

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

ÍNDICE POR CAPÍTULOS

CAPÍTULO I.

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS.

1. Introducción.....	1
2. Objetivos.....	2
2.1. Objetivo General.....	2
2.2. Objetivos Secundarios.....	2

CAPÍTULO II.

FUNDAMENTO TEÓRICO.

1. Generalidades de los Adhesivos.....	1
1.1 Introducción....(1).....	1
1.2 Teorías de Adhesión....(1).....	1
1.2.1 Teoría de la Difusión.....	1
1.2.2 Teoría Electroestática.....	1
1.2.3 Teoría del Entrelazado Mecánico.....	2
1.2.4 Teoría del Mojado y de la Energía Superficial.....	2
1.2.5 Aportación de las Diferentes Teorías de Adhesión.....	4
2. Adhesivos "Hot Melt" o Termofusibles.....	4
2.1 Introducción.....	4
2.2 Características.....	4
2.3 Composición.....	5
2.4 Desempeño de los Adhesivos Tipo "Hot Melt".....	6
2.4.1 En Términos de las Características del Producto.....	6
2.4.2 En Términos de las Características del Enlace.....	7
2.5 Propiedades Críticas.....	7
2.5.1 Viscosidad.....	7
2.5.2 Estabilidad Térmica.....	8
2.5.3 Pegajosidad. (Tack).....	8
2.5.4 Intervalo.....	9
2.5.5 Aplicación Final.....	9
2.6 Ventajas de los Adhesivos "Hot Melt".....	9
2.6.1 Ecológicas.....	9
2.6.2 Rapidez en la Formación del Enlace.....	9

INDICE GENERAL

2.6.3 Capacidad para Unir Superficies Impermeables.....	9
2.6.4 Llenado de Asperezas.....	9
2.6.5 Resistencia a la Humedad.....	9
2.7 Limitaciones.....	10
2.8 Factores Controlables para una Utilización Óptima.....	10
2.8.1 Temperatura.....	10
2.8.2 Intervalo.....	11
2.8.3 Cantidad de Adhesivo.....	12
2.8.4 Presión.....	13
2.9 Clasificación de los Adhesivos "Hot Melt".....	13
2.9.1 Base EVA.....	13
2.9.2 Base Polietileno.....	14
2.9.3 Base Poliolefinas Amorfas.....	14
2.9.4 Base Hule.....	14
2.9.5 Base Poliamidas.....	14
2.9.6 Base Poliésteres.....	14
2.9.7 Base Otros Polímeros.....	14
2.10 Presentación de los Adhesivos "Hot Melt".....	15
2.11 Equipos Utilizados para la Aplicación de los "Hot Melts".....	16
2.11.1 Rodillo.....	16
2.11.2 Extrusores de Tornillo.....	16
2.11.3 Aplicadores de Boquilla.....	16
2.12 Manipulación de los Adhesivos "Hot Melt".....	17
2.12.1 Características de fundido.....	17
2.12.2 Procedimientos de Limpieza del Equipo.....	17
3. Adhesivos "Hot Melt" Sensibles a la Presión.....	18
3.1 Introducción.....	18
3.2 Características.....	18
3.3 Composición.....	19
3.3.1 Polímero.....	19
3.3.2 Resina.....	21
3.3.3 Plastificantes.....	22
3.3.4 Estabilizadores.....	22
3.3.5 Cargas.....	22
3.4 Desempeño de los Adhesivos Sensibles a la Presión Base Elastómeros.....	23

INDICE GENERAL

3.4.1 Función de las Resinas en el mojado de la superficie	23
3.4.2 Función de las Resinas en la Pegajosidad.....	23
3.4.3 Función de las Resinas en la Fuerza de Adhesión.....	25
3.4.4 Función de las Resinas en la Fuerza Cohesiva.....	26
3.5 Procesamiento.....	26
3.6 Aplicaciones.....	27
3.6.1 Atadura de Objetos.....	27
3.6.2 Encubrimiento.....	27
3.6.3 Sellado.....	27
3.6.4 Protección.....	27
3.6.5 Reforzado.....	27
3.6.6 Empalmado.....	27
3.6.7 Como Patrón.....	28
3.6.8 Identificación.....	28
3.6.9 Empaque.....	28
3.6.10 Aislado.....	28
3.6.11 Montado.....	28
3.6.12 Aplicaciones Especiales.....	28
3.7 Mercados.....	29
4. Propiedades Dinámico Mecánicas de los PSA.....	29
4.1 Introducción.....	29
4.2 Medición de las Propiedades Dinámico Mecánicas.....	30
4.2.1 Medición por Oscilación Horizontal.....	30
4.2.2 Gráficas Obtenidas del Equipo.....	30
4.3 Propiedades Dinámico Mecánicas de PSA Comerciales.....	31
4.4 Análisis Dinámico Mecánico de los Copolímeros en Bloque Serie Kraton.....	32
4.5 Correlaciones para Determinar la Tg. de los PSA.....	33

CAPÍTULO III.

CONDICIONES DE MEZCLADO.

1. Formulaciones Realizadas.....	1
1.1. Introducción.....	1
1.2. Descripción de los componentes de las mezclas.....	1
1.3. Hule Kraton GX 1657.....	1
1.3.1. Características de los hules "Kraton".....	1

INDICE GENERAL

1.3.2. Estructura del hule "Kraton GX 1657"	2
1.3.3. Hojas Técnicas de Propiedades.....	3
1.4. Regalrez 1018 y 1085	4
1.4.1. Características	4
1.4.2. Hojas Técnicas de las Resinas Hidrocarbonadas	4
1.4.3. Compatibilidad.....	5
1.5. Formulaciones	6
2. Condiciones de Mezclado	6
2.1. Introducción	6
3. Condiciones de Operación para la Formulación No. 1.....	7
3.1. Cantidad preparada para los Experimentos.....	7
3.2. Experimento No. 1.....	7
3.2.1. Objetivos	7
3.2.2. Condiciones de Operación	7
3.2.3. Problemas Durante la Operación	7
3.2.4. Resultados	7
3.2.5. Análisis de Resultados.....	7
3.3. Experimento No. 2.....	8
3.3.1. Objetivo.....	8
3.3.2. Condiciones de Operación	8
3.3.3. Problemas en la operación	8
3.3.4. Resultados	8
3.3.5. Análisis de Resultados.....	8
3.4. Experimento No. 3.....	8
3.4.1. Objetivo.....	8
3.4.2. Condiciones de Operación	8
3.4.3. Resultados	9
3.4.4. Análisis de Resultados.....	9
3.5. Experimento No. 4.....	9
3.5.1. Objetivo:.....	9
3.5.2. Condiciones de operación	9
3.5.3. Resultados	9
3.5.4. Análisis de Resultados.....	9
3.6. Experimento No. 5.....	9
3.6.1. Objetivo:.....	9
3.6.2. Condiciones de operación	10

INDICE GENERAL

3.6.3. Problemas en la operación.....	10
3.6.4. Resultados.....	10
3.6.5. Análisis de Resultados.....	10
4. Tabla de Resultados:.....	10
4.1. Nomenclatura:.....	10
4.2. Formulación:.....	11
4.3. Condiciones de Mezclado:.....	11
4.4. Análisis de Resultados:.....	12
4.5. Conclusiones para la formulación No. 1.....	12
5. Condiciones de Operación para las Formulaciones 2, 3 y 4.....	12
5.1. Cantidades Preparadas para los Experimentos.....	12
5.2. Experimento No. 1.....	13
5.2.1. Objetivo.....	13
5.2.2. Condiciones de Operación.....	13
5.2.3. Problemas en la Operación.....	13
5.2.4. Resultados.....	13
5.2.5. Análisis de Resultados.....	13
5.3. Experimento No. 2.....	13
5.3.1. Objetivo.....	13
5.3.2. Condiciones de Operación.....	13
5.3.3. Problemas en la Operación.....	14
5.3.4. Resultados.....	14
5.3.5. Análisis de Resultados.....	14
5.4. Resultados para las Formulaciones 2, 3 y 4.....	14
5.4.1. Análisis de los Resultados.....	14
5.5. Conclusiones Generales para las Formulaciones No. 2, 3 y 4.....	15
6. Microscopía Electrónica.....	16
6.1. Introducción y Objetivos.....	16
6.2. Desarrollo Experimental.....	16
6.3. Resultados y Conclusiones.....	16

CAPÍTULO IV.

ANÁLISIS TÉRMICO.

1. Análisis Térmico. Barrido por Calorimetría Diferencial (DSC).....	1
1.1. Introducción y Objetivos.....	1
1.2. Desarrollo Experimental y Condiciones de Operación.....	1
1.3. Tabla de Resultados de Temperaturas de Transición Vítrea para los Componentes de las Formulaciones.....	1
1.3.1. Análisis de Resultados.....	2
1.4. Resultados de las Temperaturas de Transición Vítrea de las Cuatro Formulaciones.....	3
1.4.1. Análisis de la Tabla.....	3
1.5. Análisis de las Gráficas de DSC de las Formulaciones y Componentes Puros.....	4
2. Análisis Termogravimétrico (TGA).....	8
2.1. Introducción y Objetivos.....	8
2.2. Equipo Utilizado y Condiciones de Operación.....	8
2.3. Tabla de Resultados de Temperaturas de Descomposición de las Formulaciones Realizadas.....	8
2.4. Análisis de Resultados.....	9
3. Conclusiones Generales del Análisis Térmico.....	9

CAPÍTULO V.

ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO.

1. Análisis Dinámico Mecánico.....	1
1.1. Introducción y Objetivos.....	1
1.2. Desarrollo Experimental.....	1
1.3. Tabla de Resultados Obtenidas del Análisis Dinámico Mecánico.....	1
1.4. Análisis de Resultados.....	2
1.5. Conclusiones Generales del Análisis Dinámico Mecánico.....	4

CAPÍTULO VI.

ANÁLISIS DE FUNCIONALIDAD.

1. Análisis de Funcionalidad.....	1
1.1. Introducción.....	1
1.2. Objetivos.....	1

INDICE GENERAL

1.3. Desarrollo Experimental y Condiciones de Operación.....	1
1.3.1. Aplicación del Adhesivo:.....	1
1.3.2. Geometría del Panel de Prueba.....	2
1.3.3. Espesor de la Capa Adhesiva.....	2
1.3.4. Pruebas de Funcionalidad.....	2
1.4. Resultados Estadísticos para la Prueba de Espesor de la Capa Adhesiva.....	3
1.4.1. Análisis de Resultados.....	3
1.5. Resultados Estadísticos de la Prueba de Pelado "Peel".....	3
1.5.1. Análisis de Resultados de la Prueba de Pelado.....	4
1.6. Resultados Estadísticos de la Prueba de Pegajosidad "Loop Tack".....	5
1.6.1. Análisis de Resultados de la Prueba de "Loop Tack".....	5
1.7. Resultados Estadísticos de la Prueba de Desgarre, "Shear".....	6
1.7.1. Análisis de Resultados de la Prueba de Desgarre.....	6
1.8. Conclusiones Generales del Análisis de Funcionalidad.....	7

CAPÍTULO VII.

CONCLUSIONES GENERALES.

I. Conclusiones Generales.....	1
--------------------------------	---

CAPÍTULO VIII.

BIBLIOGRAFÍA.

I. FICHAS BIBLIOGRÁFICAS.....	1
-------------------------------	---

APÉNDICE A.

PROCEDIMIENTOS PSTC.

MÉTODO PARA LA APLICACIÓN DEL ADHESIVO A LOS PÁNELES DE PRUEBA.....

Objetivo.....	1
Productos.....	1
Equipo y Materiales.....	1
Procedimiento.....	1
Condiciones de seguridad.....	2
Posibles fuentes de error.....	2
MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DEL ESPESOR DE LA CAPA ADHESIVA.....	3
Objetivo.....	3

INDICE GENERAL

Productos.....	3
Equipo y Material.....	3
Procedimiento.....	3
Condiciones de seguridad.....	4
Posibles fuentes de Error.....	4
MÉTODO PARA EL ESTABLECIMIENTO DE LA GEOMETRÍA DEL PANEL DE PRUEBA.....	5
Objetivos.....	5
Productos.....	5
Equipo y materiales.....	5
Procedimiento.....	5
Condiciones de seguridad.....	6
Posibles fuentes de error.....	6
MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA FUERZA DE "PEEL" A 180 °.....	7
Objetivo.....	7
Productos.....	7
Equipo y Materiales.....	7
Procedimiento:.....	7
Condiciones de seguridad.....	8
Posibles fuentes de error.....	9
Modos de Falla:.....	9
MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA PEGAJOSIDAD EN "LOOP" DE UN ADHESIVO.....	10
Objetivo.....	10
Productos.....	10
Equipo y materiales.....	10
Procedimiento:.....	10
Condiciones de seguridad.....	11
Posibles fuentes de error.....	11
MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL DESGARRE DE UN ENLACE ADHESIVO.....	13
Objetivo.....	13
Productos.....	13
Materiales y equipo.....	13
Procedimiento.....	13
Condiciones de seguridad.....	14

INDICE GENERAL

Fuentes potenciales de error.....	14
Modos de falla.....	15

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1. Introducción.

Esta tesis surge de una necesidad ecológica. Los adhesivos termofusibles o "Hot Melts", tienen la ventaja de que son sistemas 100% no volátiles; no contienen ningún solvente que se tenga que evaporar. Por la misma razón son compatibles con las altas velocidades de producción, lo que hace que tengan actualmente, un crecimiento destacado dentro del mercado de los adhesivos. Estos adhesivos son sólidos a temperatura ambiente, pero al elevar la temperatura se funden, lo que hace factible su aplicación y al enfriar solidifican formando un enlace adhesivo.

Dentro de este tipo de adhesivos se encuentran los sensibles a la presión, los cuales se aplican cuando el material se encuentra fundido, pero al enfriarse y llegar a temperatura ambiente, siguen siendo pegajosos. El enlace se forma con una ligera aplicación de presión. Estas últimas propiedades permiten que sea posible pegar y despegar en múltiples ocasiones el material que se encuentra en contacto con el adhesivo. Sus principales aplicaciones se encuentran en la industria de las cintas adhesivas y el etiquetado, sin embargo, también se utilizan en productos desechables (pañales y toallas sanitarias), empaques, etc.

Al hablar de adhesivos termofusibles sensibles a la presión, los base hule son los que constituyen la parte más importante y creciente del mercado. Sin embargo, para poder hacer una utilización adecuada de éstos, es necesario formularlos correctamente dependiendo siempre de su aplicación final. Para esto es necesario conocer el desempeño de las formulaciones, en función de las proporciones de sus componentes.

Para motivos del trabajo de tesis, se escogió el hule SEBS, fabricado por Shell, por su gran resistencia a la oxidación. Éste se modificó con resinas pegajosas a diferentes proporciones, con el fin de analizar su desempeño. Se prepararon varias formulaciones a distintos niveles de resina.

En la primera fase se encontraron las condiciones de mezclado óptimas, para cada una de las formulaciones. Fué posible, también, observar la compatibilidad y el buen mezclado de los materiales de una manera cualitativa por medio de microscopía electrónica. (Capítulo II).

Posteriormente se realizó un análisis térmico por calorimetría, en el cual se analiza la variación de la temperatura de transición vítrea del hule al agregarse las resinas. También fué posible comprobar la compatibilidad de los materiales en la mezcla. Un análisis termogravimétrico permitió conocer las temperaturas de degradación de las formulaciones. (Capítulo III).

El análisis dinámico mecánico, permitió estudiar el efecto de las resinas pegajosas en el módulo de desgarre y la temperatura de transición vítrea del hule. (Capítulo V).

El análisis de funcionalidad se llevó a cabo con los procedimientos del PSTC*. Se realizaron pruebas de desgarre (shear), pelado (peel) y pegajosidad (loop tack). (Capítulo IV).

* Pressure Sensitive Tape Council. (Métodos estándar para la realización de pruebas de funcionalidad.)

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Los adhesivos termofusibles base SEBS mostraron magníficas cualidades de estabilidad térmica. Sin embargo la importancia de la tesis radica en que es posible encontrar tendencias en el desempeño en las pruebas de funcionalidad, mediante la correcta formulación del adhesivo, basándose en análisis térmico, dinámico mecánico y encontrando las condiciones de operación correctas para los componentes. Con las relaciones entre los diferentes análisis, es posible desarrollar a través de un diseño experimental, una función objetivo sujeta a maximización de variables importantes, con sus restricciones pertinentes, para la obtención de un adhesivo competitivo, confiable y adecuado a una aplicación específica.

Para el desarrollo de un adhesivo, también es necesario tomar en cuenta el sustrato al cual se va a aplicar. Ésto depende de las energías superficiales tanto del adhesivo, como de la superficie. En la tesis no se desarrolló ningún análisis en base a este último punto, pero para el desarrollo de un adhesivo comercial es indispensable.

Es necesario el seguimiento de este trabajo de tesis para poder encontrar adhesivos que no causen daño a las personas y al medio ambiente.

2. Objetivos.

2.1. Objetivo General.

- Formular adhesivos termofusibles base SEBS sensibles a la presión.

2.2. Objetivos Secundarios.

- Establecer condiciones de mezclado para las formulaciones realizadas.
- Comprobar la compatibilidad de los materiales.
- Analizar el efecto de las resinas pegajosas (tackifiers) al agregarlas al hule mediante análisis térmico y dinámico mecánico.
- Establecer las relaciones entre las propiedades dinámico mecánicas y térmicas con respecto al desempeño en las pruebas de funcionalidad.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTO TEÓRICO

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOPUSIBLES BASE SEBS

1. Generalidades de los Adhesivos

1.1 Introducción....(1)

Un *adhesivo* es una sustancia capaz de sujetar dos materiales, mediante la unión de ambas superficies. La *adhesión* es la atracción física de la superficie de un material hacia la de otro. *Sustrato* se llama al material, al cual, el adhesivo se adhiere; mientras que el *enlace adhesivo o junta adhesiva*, se refiere al ensamble formado para mantener juntos a los sustratos con un adhesivo.

Lleva el nombre de *adhesión práctica*, la fuerza física que posee un enlace adhesivo. Depende, en principio, de las fuerzas de adhesión, pero su magnitud se determina por las propiedades físicas del adhesivo y del sustrato; así como de la ingeniería del enlace adhesivo.

Interfase se refiere al volumen de material, en el cual, las propiedades de una sustancia gradualmente cambian hacia las propiedades de otra. La interfase es útil para describir las propiedades de un enlace adhesivo. Ésta se encuentra entre las superficies de los sustratos, excepto, en casos muy especiales, es imaginaria, pero es útil para describir las propiedades energéticas de las superficies.

1.2 Teorías de Adhesión....(1)

No existe todavía una teoría unificadora de la adhesión, que involucre la relación entre la adhesión práctica y las interacciones básicas intermoleculares e interatómicas, las cuales tienen lugar entre el adhesivo y el sustrato, ya sea en el seno de la interfase o en los lugares donde ésta tiene contacto con los sustratos.

Las teorías existentes, son en su mayor parte, raciocinios hechos en base a los fenómenos observados, aunque en algunos casos, es posible pronosticar adhesión práctica en algunos sistemas.

1.2.1 Teoría de la Difusión.

Ésta se aplica principalmente a los polímeros. Asume una solubilidad mutua entre el sustrato y el adhesivo, formando así, una verdadera interfase. El parámetro de solubilidad, la raíz cuadrada de la densidad de la energía cohesiva del material ($\mu=\delta^{1/2}$), provee de una medida de las interacciones intermoleculares que ocurren en el material. Termodinámicamente, las soluciones de dos sustancias, son posibles, cuando el parámetro de solubilidad de ambos materiales son iguales.

En otras palabras, la adhesión entre dos polímeros, uno siendo el adhesivo y el otro el sustrato, se maximiza cuando el parámetro de solubilidad de ambos materiales es igual, por lo que la adhesión práctica ocurre cuando un material se disuelve en el otro. Esta teoría no es aplicable a materiales que no sean similares, como los polímeros en metales, o polímeros muy diferentes.

1.2.2 Teoría Electroestática.

La base de esta teoría es la diferencia en las electronegatividades de los sustratos. Si dos materiales que tienen diferentes electronegatividades, se ponen en contacto, puede ocurrir la transferencia de electrones del material con menor electronegatividad, al de alta electronegatividad. Esta transferencia forma, entonces, una doble capa de carga a través de la interfase, la cual provoca una atracción entre los materiales.

Esta teoría aún se encuentra en desarrollo.

1.2.3 Teoría del Entrelazado Mecánico.

Si un adhesivo y un sustrato, tienen muy diferentes propiedades físicas y se encuentran en una interfase rugosa, hay un plano abrupto para la transferencia de esfuerzo, cuando el sistema se encuentra bajo una carga. Además, hay un área mínima interfacial entre los dos, por lo tanto hay un mínimo de oportunidades de que se enlacen.

Si, en vez de una interfase rugosa, existe una arruga microscópica, en donde se aplica el adhesivo, entonces existe la posibilidad de un entrelazado mecánico. La superficie arrugada microscópicamente, da un número mayor de puntos para la transmisión de los esfuerzos cuando se encuentran bajo carga, así como mayor superficie para el enlace que el sistema arrugado que se planteó en el párrafo anterior.

También se tiene un efecto de "candado". Esto implica que si el adhesivo fluye completamente dentro de las asperezas de la superficie del sustrato, entonces el adhesivo tendrá que pasar de regreso por las asperezas cuando se remueva. Esto es el mismo caso que cuando se introduce una llave a un candado y se le da vuelta. La llave para ser removida, tendrá que pasar por el mismo camino que cuando entró. La viscosidad del adhesivo, así como el tiempo de contacto del adhesivo con el sustrato, juegan un papel muy importante en la determinación de la calidad del enlace mecánico entre el adhesivo y el sustrato.

1.2.4 Teoría del Mojado y de la Energía Superficial.

Esta teoría concierne al efecto de las fuerzas intermoleculares e interatómicas en las energías superficiales del adhesivo y del sustrato y de la energía interfacial que existe entre los dos. Las distancias en las que operan las fuerzas intermoleculares e interatómicas son del orden de 10^{-7} cm. Para tener un valor medible de estas fuerzas, el adhesivo debe mantenerse en contacto íntimo con el sustrato, la superficie del sustrato debe de estar completamente "mojada" por el adhesivo.

La energía superficial, correspondiente al exceso de energía que un material tiene debido a su superficie, puede entenderse examinando una molécula del centro del material, donde ésta experimenta enlaces intermoleculares en todas las direcciones. En contraste, una molécula de la superficie, tiene enlaces intermoleculares únicamente hacia el centro y en el mismo plano de la superficie.

No existen fuerzas intermoleculares arriba de la superficie, debido a ésto, se causa un cambio en las propiedades físicas de las capas de moléculas situadas, inmediatamente, adyacentes a la superficie. En general, la densidad de las capas superficiales es menos que la del centro del material. Debido a que las distancias entre las moléculas se incrementan, la energía intermolecular también se incrementa, lo que implica un exceso de energía superficial.

La energía interfacial, es usualmente menor en magnitud que la energía superficial, se encuentra cuando el material está en contacto con una sustancia diferente. Esta energía se incrementa debido a que las fuerzas intermoleculares en un medio no se ajustan necesariamente a las fuerzas intermoleculares del otro.

Para los líquidos, las magnitudes de energía superficial y de tensión superficial, generalmente representadas por el símbolo γ , son numéricamente iguales y se expresan en milijoules por metro cuadrado. La energía superficial o tensión superficial, se observa fácilmente, en los líquidos que parecen tener "piel".

En una superficie sólida, la energía superficial y la tensión superficial no son las mismas. Termodinámicamente, la energía superficial se puede definir como un cambio en la función de la energía libre, provocada por un cambio en el área superficial del material. La energía superficial de los sólidos no se puede medir directamente. Como sea, el valor para la mayoría de los sólidos inorgánicos, se piensa que está en el rango de los cientos de milijoules por metro cuadrado y para los polímeros, es aproximadamente el mismo que para los líquidos orgánicos (10 - 65 mJ/m²).

La teoría del mojado está relacionada al estudio de los ángulos de contacto entre líquidos y superficies sólidas. Un balance de fuerzas en el punto de contacto entre el líquido y el sólido se puede escribir de la siguiente manera:

$$\gamma_{LV} \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \dots\dots \text{Ecuación No. 1.}$$

Donde γ_{LV} es la tensión interfacial líquido - vapor, θ es el ángulo de contacto, γ_{SV} es la tensión interfacial sólido - vapor y γ_{SL} es la tensión interfacial sólido - líquido.

En la figura No. 1 se definen estos parámetros:



Figura No. 1

W_A , el trabajo de adhesión, se puede definir en términos de energías superficiales del adhesivo y del sustrato:

$$W_A = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \dots\dots \text{Ecuación No. 2}$$

y la ecuación de Young-Dupre permite determinar el trabajo de adhesión:

$$W_A = \gamma_{LV} (1 + \cos \theta) \dots\dots \text{Ecuación No. 3}$$

por una simple medida del ángulo de contacto y de la tensión superficial del líquido.

Mucho del trabajo experimental en la ciencia de la adhesión se ha centrado dentro de la relación entre la adhesión práctica y el trabajo de adhesión. Recientes investigaciones indican que la adhesión práctica puede ser relacionada con el trabajo de adhesión, con una función que describa los mecanismos de disipación de energía con el enlace adhesivo.

La energía superficial de los polímeros es una consideración importante en la teoría del mojado. La tensión crítica de mojado, γ_c , de una superficie sólida, da un criterio para el completo mojado de la superficie. Para esto, se requiere que la tensión superficial de la capa de líquido que está mojando, sea menor que la tensión superficial crítica de mojado de la superficie sólida. La tensión superficial crítica de mojado, se determina por la medida de los ángulos de contacto en el equilibrio, de varios líquidos en una sola superficie, con el fin de generar una gráfica del coseno del ángulo de contacto versus la tensión superficial líquido -

vapor. Esta gráfica, extrapolada hasta $\cos \theta = 1$, define la tensión superficial crítica de mojado para esta superficie.

1.2.5 Aportación de las Diferentes Teorías de Adhesión.

Las diferentes teorías se pueden usar para la formulación de una guía para la buena adhesión:

- 1) Un adhesivo debe tener una tensión superficial del líquido menor que la tensión superficial crítica de mojado de la superficie del sustrato.
- 2) El sustrato debe ser lo suficientemente áspero mecánicamente, para que las asperezas de la superficie sean del orden de un micrómetro de tamaño.
- 3) La viscosidad del adhesivo y las condiciones de aplicación, deben ser tales que las asperezas en la superficie del sustrato se mojen completamente.
- 4) Si se espera un ambiente con condiciones adversas para el enlace, debe favorecerse la capacidad de formar enlaces covalentes en la interfase.
- 5) Para una buena adhesión, el adhesivo y el sustrato deben ser, en lo posible, mutuamente solubles, hasta el grado en que ambos se difundan el uno en el otro, para que haya una zona interfacial.

2. Adhesivos "Hot Melt" o Termofusibles.

2.1 Introducción....(2)

Los adhesivos termofusibles o "Hot Melt" se definen como materiales termoplásticos, son 100% no volátiles y generalmente sólidos a temperatura ambiente. Se funden, generalmente a temperaturas entre 65 y 180 °C y se aplican en este estado. Al enfriarse, solidifican. La naturaleza termoplástica es inherente a este tipo de adhesivos, esto significa que se derriten al calentarse y solidifican al enfriarse.

Actualmente se usan innumerables materiales termoplásticos fundidos, tales como el polietileno, asfalto, mezclas de hule con cera, etc. Éstos son productos simples con limitadas propiedades de adhesión, los cuales no pueden ser considerados como adhesivos "Hot Melt". Para ser considerados adhesivos termofusibles es necesario formularlos adecuadamente.

Los polímeros sintéticos han incrementado su utilización como materiales termofusibles y la tecnología moderna se ha desarrollado en base a éstos.

Industrialmente, estos adhesivos han adquirido gran importancia, ya que son compatibles con altas velocidades de producción, teniendo un costo relativamente bajo en materias primas y sobre todo, las ventajas ecológicas que implica el no tener que eliminar o remover un solvente.

2.2 Características....(2)

Los adhesivos "Hot Melt" tienen que derretirse para aplicarse en estado fundido. Deben fluir para poderse aplicar, esto implica que su viscosidad debe ser adecuada para que el material pueda fluir por el equipo aplicador. Esta restricción de la viscosidad influye en la formulación de los sistemas termofusibles.

La composición de estos adhesivos incluye un polímero y un sistema diluyente. El polímero es el componente principal. Casi cualquier polímero termoplástico resistente a la degradación por el calor se puede usar. Algunos ejemplos pueden ser el polietileno, poli(acetato de vinilo), copolímeros de etileno y acetato de vinilo, etc.

La viscosidad en fundido de los polímeros es proporcional a su peso molecular, por lo que un adhesivo que sea 100 % polímero tendría las siguientes limitaciones:

- Adhesión limitada.
- Falta de algunas propiedades en estado fundido, tales como pegajosidad (tack) y capacidad de mojado de la superficie.

Cuando el polímero tiene un bajo peso molecular, en estado fundido tiene una baja viscosidad, propiedades mecánicas pobres y baja fuerza adhesiva. En contraste, cuando es de alto peso molecular se tienen buenas propiedades mecánicas, alta viscosidad, así como una buena fuerza adhesiva. Debido a que en las formulaciones, las características del polímero predominan, es deseable escoger un polímero de alto peso molecular.

El sistema diluyente hace posible utilizar las propiedades del polímero. Generalmente consta de una mezcla de materiales como ceras, plastificantes, resinas pegajosas (tackifiers), estabilizantes, pigmentos, etc. Tiene los siguientes efectos sobre la mezcla:

- Es un vehículo para el polímero, lo que hace que la viscosidad del adhesivo disminuya, haciéndolo más fácil de aplicar.
- Aumenta la capacidad de fluir en la superficie y la fuerza adhesiva del polímero.
- Incrementa la pegajosidad (tack).
- Puede hacer al adhesivo rígido o flexible.

El sistema diluyente permanece dentro del adhesivo al derretirse y aplicarse. No se disipa ni se absorbe. El enlace con la superficie reflejará las propiedades de todos los componentes del adhesivo, incluyendo el diluyente.

Las propiedades deseables del adhesivo como la fuerza adhesiva, resistencia al calor, y flexibilidad a bajas temperaturas, disminuyen proporcionalmente con respecto al peso molecular del polímero, y a la concentración de éste en la mezcla. No se pueden garantizar las propiedades deseables del polímero, cuando éste se encuentra en tal concentración que las propiedades del sistema diluyente prevalecen.

Tampoco se puede decir que un producto en el que predominan las propiedades del diluyente no es útil. Este tipo de producto tiene aplicación en donde el enlace adhesivo se expone a poco esfuerzo.

El hecho de que al disminuir la viscosidad disminuyan también, las propiedades mecánicas y adhesivas, hace necesario el desarrollo de equipos especiales para la aplicación de este tipo de adhesivos.

2.3 Composición....(2)

La composición de estos adhesivos varía considerablemente. Los polímeros se modifican con otros componentes para impartir ventajas específicas al adhesivo. Una descripción general de los posibles componentes de una formulación se muestran en la tabla No. 1:

Tabla No. 1

Composición	Función
Polímero	Proporciona a la mezcla fuerza adhesiva, buenas propiedades mecánicas y fuerza cohesiva. Entre los polímeros más usados están el EVA, poliamidas y poliésteres, hules termoplásticos, etc.
Resinas Pegajosas (Tackifier)	Promueven la capacidad de fluir y la buena adhesión, dando propiedades pegajosas a la mezcla, así como buena flexibilidad. Las resinas comunmente son materiales pegajosos, terpenos, terpenos modificados, hidrocarburos, hidrocarburos clorados, etc.
Plastificante	Su función es promover la flexibilidad y el mojado del adhesivo. Generalmente son ftalatos, glicoles, polibutenos y aceites minerales.
Cera	Diluye y evita la formación de bloques o grumos en el adhesivo. Promueve el mojado y es un control de velocidad de secado. Se usan generalmente parafinas, ceras sintéticas, etc.
Extendedores	Disminuyen el costo y son controladores del flujo en estado fundido. Pueden dar color al adhesivo en estado sólido. Se usan generalmente arenas y talcos.
Estabilizadores	Son antioxidantes. Se encargan de proteger la viscosidad, color y olor de la mezcla. Los más comunes son los fenoles estéricamente impedidos.

2.4 Desempeño de los Adhesivos Tipo "Hot Melt"(2)

2.4.1 En Términos de las Características del Producto.

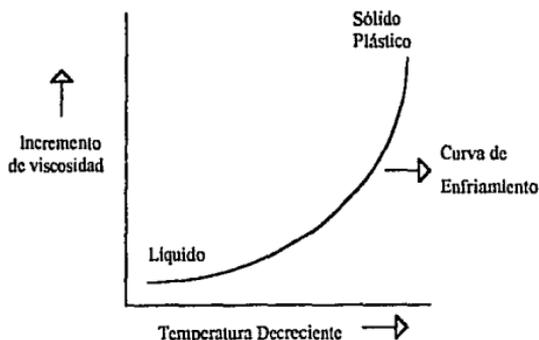


Fig. 2 Efecto de la Temperatura sobre la Viscosidad

A la temperatura de aplicación, el adhesivo es líquido. Está diseñado para tener una estabilidad térmica adecuada para una operación continua en estado líquido. Como se puede observar en la figura No. 2, el elevar mucho la temperatura, no necesariamente significa un decremento significativo en la viscosidad, ya que la curva es prácticamente asintótica a altas temperaturas. El único efecto al elevar demasiado la temperatura es la degradación del adhesivo.

El proceso de enfriamiento es extremadamente corto en términos de tiempo. Se habla de una fracción de segundo entre el estado líquido y el estado plástico. Al perder calor el adhesivo, disminuye la temperatura, mientras que la viscosidad se incrementa exponencialmente.

El estado plástico se refiere a un estado cercano al "punto de solidificación". También se acerca al punto de ablandamiento del adhesivo. Se refiere como estado plástico, ya que al alcanzarse, el material es blando y deformable.

La rigidez final del adhesivo, se alcanza hasta después de algún tiempo de haber llegado a temperatura ambiente. Este tiempo varía según la composición del "hot melt". Los productos más blandos requerirán mayor tiempo para alcanzar sus propiedades finales en el enlace.

2.4.2 En Términos de las Características del Enlace.

En la curva de enfriamiento (figura No. 2), el intervalo de temperaturas de aplicación, debe ser el adecuado para poder alcanzar propiedades óptimas; tales como: buen mojado, viscosidad adecuada para su procesamiento, penetración consistente en la superficie y buena estabilidad térmica.

A temperaturas más altas, las propiedades adhesivas del enlace se pueden deteriorar. El hecho de que el adhesivo se asiente más lentamente, hace que éste se extienda más sobre la superficie y repercute en un menor espesor de la capa adhesiva.

Mientras que el "hot melt" se enfría, la viscosidad se incrementa rápidamente, lo que ocasiona que su capacidad de mojado disminuya a la misma velocidad. Mientras esto sucede, el adhesivo tiene muy poca fuerza para mantener unidas las superficies, hasta que se alcanza el estado plástico. Lo único que logra mantener los sustratos unidos es la pegajosidad del material, por lo que es necesario aplicar presión a los sustratos para mantenerlos unidos en este periodo de tiempo. Al alcanzarse el estado plástico, ya no se requiere la compresión.

Una vez alcanzado el estado plástico, el adhesivo es mucho más elástico que en su condición final, por lo que el enlace será flexible y no tan fuerte. Será necesario dejar pasar unas cuantas horas para alcanzar el estado final del enlace. Para lograr esto es necesario que el adhesivo se enfríe abajo de su punto de ablandamiento, así el enlace será rígido y listo para probarse.

2.5 Propiedades Críticas....(2), (3)

2.5.1 Viscosidad.

Como ya se discutió anteriormente el componente principal de un adhesivo "hot melt" es el polímero; y su peso molecular, el factor más importante para determinar la viscosidad del material. La viscosidad del adhesivo fundido se considera como la propiedad más distintiva. Es la medida más común y confiable para garantizar la uniformidad del producto.

Para que el adhesivo pueda aplicarse uniformemente se necesita mantener la temperatura constante dentro del equipo aplicador. Con ésto se garantiza que la viscosidad no varíe, haciendo que el flujo sea uniforme y constante. Sin embargo, en la práctica se observa que el intervalo en la temperatura de aplicación puede ser de 6 a 12 °C.

2.5.2 Estabilidad Térmica.

Uno de los factores que debe ser tomado en cuenta es la uniformidad del material cuando está fundido. La incompatibilidad de los componentes hace que el material se separe en dos fases. Al aplicarse materiales incompatibles, se tendrá un mal desempeño del enlace adhesivo, ya que se verán disminuidas algunas propiedades como la fuerza adhesiva y pegajosidad.

Cuando el calentamiento es prolongado, algunos productos son más susceptibles que otros a la degradación. Una característica de un material degradado, es la formación de cenizas, lo que repercutirá en el equipo aplicador, ya que los filtros y boquillas se tapan.

La viscosidad también puede variar en un calentamiento prolongado. La figura No. 3 muestra los posibles cambios de viscosidad que pueden llegar a tenerse. Se pueden tolerar pequeños cambios en la viscosidad, sin embargo, se desea un producto que mantenga constante esta propiedad.

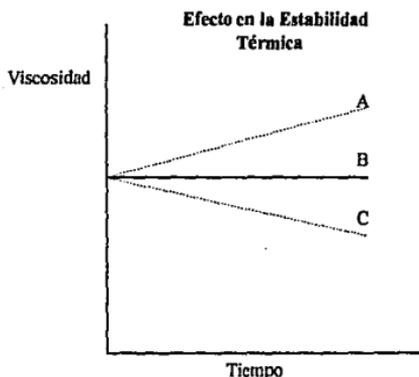


Fig. 3 Viscosidad vs Tiempo

Otro fenómeno interesante durante el calentamiento prolongado es la formación de una capa insoluble en la superficie del adhesivo fundido. Este tipo de efecto no es deseable, ya que es una película móvil, capaz de interferir con la operación uniforme del aplicador.

2.5.3 Pegajosidad. (Tack)

Las propiedades pegajosas existen en un "hot melt", cuando cambia de líquido a sólido. Se presentan únicamente en un corto periodo de tiempo, pero su existencia es crucial para mantener los sustratos unidos.

Esta propiedad se debe a las resinas pegajosas de la formulación. El grado de pegajosidad puede variar desde casi inexistente, hasta un grado capaz de romper a los sustratos, cuando se someten a un esfuerzo.

2.5.4 Intervalo.

El intervalo de un adhesivo termofusible se define como el tiempo transcurrido entre la aplicación y el momento anterior al que el adhesivo pierda sus propiedades de mojado sobre el segundo sustrato debido a la solidificación. Dicho en otras palabras, es el tiempo en que el adhesivo fundido es operable.

Actualmente los intervalos de este tipo de adhesivos varían desde fracciones de segundo, hasta un intervalo infinito, característicos de los "hot melts" sensibles a la presión.

2.5.5 Aplicación Final.

Es necesario tener un criterio para escoger a un adhesivo "hot melt" para una aplicación determinada, sobre otro tipo de adhesivos. No resulta apropiado usar un material de este tipo simplemente porque es novedoso. La única justificación para usarlos es para sacar ventaja de sus propiedades.

2.6 Ventajas de los Adhesivos "Hot Melt"....(2)

2.6.1 Ecológicas.

El hecho de que los adhesivos termofusibles no contengan componentes volátiles, hace que tengan una ventaja sobre otro tipo de adhesivos. Los solventes, que en otro tipo de adhesivos se tienen que evaporar, son tóxicos en muchas ocasiones para el organismo humano.

2.6.2 Rapidez en la Formación del Enlace.

Es la característica determinante. Debido a esta ventaja se pueden obtener mayores velocidades de producción. Gracias a esto se pueden tener embarques inmediatos, ya que no es necesario esperar la disipación del solvente.

Se tiene también un mejor control de la cantidad de adhesivo aplicado, ya que el "hot melt" no se extiende demasiado ni penetra mucho en el sustrato. Esto da como resultado especificaciones más precisas del producto que se reflejan en ganancias económicas.

2.6.3 Capacidad para Unir Superficies Impermeables.

Debido a que los "hot melts" son materiales 100% sólidos, tienen la ventaja de poder unir superficies impermeables o sin poros. Ahora las superficies que no podían unirse a velocidades de producción razonables, debido a que no existe porosidad para disipar el solvente, se pueden unir con estos adhesivos. Este mercado actualmente se encuentra en constante crecimiento gracias al desarrollo de nuevos materiales sintéticos impermeables.

2.6.4 Llenado de Asperezas.

Esta es una característica que ningún otro tipo de adhesivo tiene. Gracias a que la viscosidad aumenta rápidamente dando como resultado una baja penetración, los adhesivos "hot melt", son ideales para recubrir superficies porosas, obteniéndose así un ahorro en la cantidad de adhesivo empleado para este tipo de superficies.

2.6.5 Resistencia a la Humedad.

La exposición a humedades relativamente altas, no tiene ningún efecto sobre un "hot melt". Sin embargo sí pudiere tener efecto sobre el sustrato.

2.7 Limitaciones....(2)

La mayor limitación radica en la poca fuerza adhesiva a viscosidades operables. Si se incrementara suficientemente la temperatura para lograr una baja viscosidad, nos encontraríamos con la limitante de la degradación. Los "hot melts" son compuestos orgánicos sujetos a degradación térmica. Ésta es más rápida en presencia de aire, pero aún en vacío el adhesivo se descompone.

Por sus características, se tienen que utilizar equipos especiales de aplicación. Pero aún dentro de estos equipos, no es posible utilizar un adhesivo termofusible con una muy alta viscosidad y fuerza adhesiva, ya que utilizan bombas o tuberías, donde estos materiales no fluirían. Debido a ésto, estos adhesivos tienen una fuerza adhesiva limitada inherente.

La poca penetración de éstos puede considerarse como una limitante en aplicaciones donde se requiere que el adhesivo penetre.

Por su carácter termoplástico estos adhesivos no son utilizables a altas temperaturas, lo que les limita el acceso al mercado de adhesivos de alta temperatura.

2.8 Factores Controlables para una Utilización Óptima....(2), (3)

2.8.1 Temperatura.

La primera propiedad a controlar es la temperatura, ya que ésta influye en la viscosidad. La temperatura es el factor determinante para que el adhesivo pueda fluir y mojar la superficie. Si la superficie no se moja con el adhesivo, no se puede formar un enlace. Esto implica que existe una temperatura *mínima* en la cual se puede formar el enlace; abajo de esta temperatura el mojado no será adecuado.

Sin embargo determinar esta temperatura, es una situación que envuelve una instrumentación muy sofisticada, lo cual no es práctico. Es suficiente con saber que esta temperatura existe.

De manera práctica, un buen desempeño del enlace tiene como factores controlantes a la temperatura, el intervalo, la cantidad de adhesivo aplicado y la presión.

Existe una temperatura óptima para la aplicación del adhesivo. Arriba de esta temperatura, se tendrá que perder más calor para llegar a la temperatura de formación del enlace por lo que el proceso será más lento*, pero se tendrá mayor capacidad de mojado lo que hace que el enlace sea más fuerte.

Por otro lado, una temperatura menor a la óptima disminuirá el tiempo necesario para formar el enlace, pero hará que éste sea menos fuerte. La temperatura óptima está relacionada con un balance entre la fuerza del enlace adhesivo y la velocidad de producción del material.

La figura No. 4 muestra los efectos de la temperatura de aplicación del adhesivo. La primera pendiente represente la pérdida de calor del "hot melt" hacia el primer sustrato, mientras que la segunda pendiente es la pérdida de calor cuando el segundo sustrato se pone en contacto con el adhesivo.

* El efecto de la viscosidad puede no hacer válida esta aseveración. Se discutirá más a fondo en "Intervalo".

FUNDAMENTO TEÓRICO

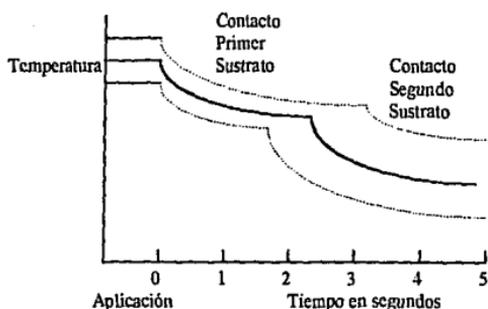


Fig. 4 Efecto en la Temperatura de Aplicación

2.8.2 Intervalo.

El intervalo está definido como el tiempo que pasa entre la aplicación del adhesivo y el momento anterior al que el adhesivo pierde su habilidad de mojado. Todos los "hot melts" a excepción de los sensibles a la presión, presentarán la curva representada en la figura No. 5:

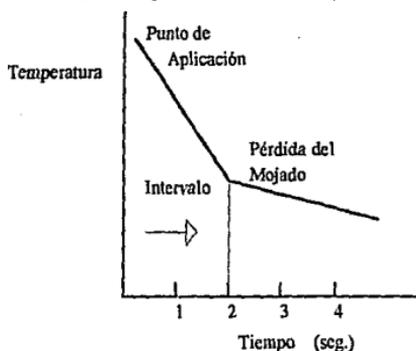


Fig. 5 Definición del Intervalo

El tiempo del intervalo depende de la composición del producto, de la temperatura y de la cantidad de adhesivo aplicada. Hasta antes de que se pierda el mojado el adhesivo mojará al segundo sustrato. Si el contacto con la segunda superficie se hace después del intervalo, se formará un enlace muy débil. Actualmente los intervalos varían desde uno hasta treinta segundos. Mientras dure el intervalo, el "hot melt" será blando y débil.

Entre mayor sea el intervalo, el asentamiento del adhesivo será más lento, por lo que se requerirá de mayor tiempo de compresión y menor velocidad de producción. Si el intervalo es muy pequeño, se corre el peligro de que el adhesivo no moje bien la superficie, teniéndose así un enlace defectuoso.

Una alternativa para resolver el problema del intervalo podría ser subir la temperatura. A temperaturas altas tardaría más en enfriarse y se tendría un mejor enlace. Sin embargo esto puede resultar contraproducente, ya que no se está tomando en cuenta el efecto de que a temperaturas altas, la viscosidad disminuye. Al disminuir ésta, el adhesivo moja una superficie mayor, aumentando así el área de enfriamiento del adhesivo y disminuyendo el intervalo.

En la figura No. 6 se esquematiza este último punto:

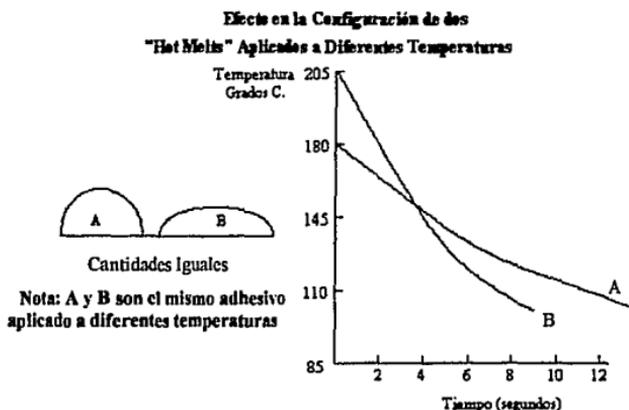


Figura No. 6

El intervalo máximo se obtiene entonces a temperaturas no muy altas. La cantidad de adhesivo aplicado, también influye en éste.

2.8.3 Cantidad de Adhesivo.

La cantidad aplicada debe de ser suficiente para que moje a ambos sustratos, además de ser suficiente en volumen para que la interfase entre los sustratos no sea muy delgada. Una cantidad muy pequeña, hará que su calor se disipe rápidamente a los sustratos, disminuyendo así el intervalo y el mojado, propiciando el que no se forme un buen enlace. Al aumentar la cantidad de adhesivo, se tendrá mayor calor que perder y aumentará el intervalo, mejorándose así el enlace.

Se logra observar entonces, que la cantidad de adhesivo aplicado es un factor controlante importante tanto para el intervalo y el mojado, como para la calidad del enlace.

Otro efecto importante a estudiar es la cantidad de adhesivo aplicada a materiales termoplásticos. A mayor cantidad de adhesivo, se ocupa una mayor área de sustrato y se tiene que disipar mayor calor. Esto repercute en el incremento en la temperatura del material termoplástico, el cual se podría deformar con este incremento de temperatura, haciendo así imposible un buen enlace.

2.8.4 Presión.

Los adhesivos "hot melt", requieren de una mínima presión en un periodo de tiempo muy corto, comparados con otros sistemas. Únicamente necesitan presión de contacto, ésta garantiza que las superficies de los sustratos se mantengan unidas durante el intervalo. Sin embargo, sin esta presión no se realiza el enlace, ya que la pegajosidad inherente del material no garantiza que los sustratos se mantengan unidos. Si la presión se deja de aplicar durante el intervalo, el esfuerzo sobre los sustratos los separará y hará imposible que se efectúe el enlace, aún cuando se vuelva a aplicar presión.

En la curva de velocidad de secado versus tiempo se puede observar que el grado de presión aplicada tiene efecto sobre la velocidad de secado (figura No. 7). Al ponerse en contacto el segundo sustrato y aplicar presión se tiene un determinado espesor en la capa aplicada. Al aumentar la presión, se tiene una interfase delgada; aumenta el enfriamiento, por lo que se incrementa la velocidad de secado. Este esparcimiento del adhesivo, no siempre se puede traducir en el aumento del área de enlace y en un buen enlace. Se debe de tomar en cuenta que al incrementar la velocidad del secado, disminuye el mojado y con éste, la fuerza del enlace.

Sin embargo para superficies porosas en donde se recomienda una penetración moderada, es bueno aplicar una mayor presión que para los otros sistemas.

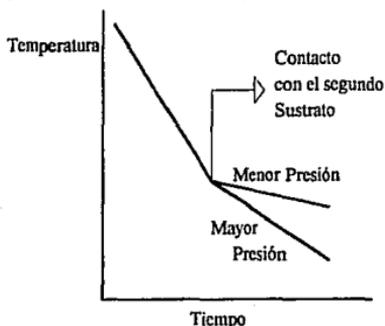


Fig. 7 Efecto de la Presión en el Tiempo de Secado

2.9 Clasificación de los Adhesivos "Hot Melt"(4)

La siguiente clasificación está hecha en base al polímero utilizado en su formulación.

2.9.1 Base EVA.

Son actualmente los que representan la mayor parte del mercado de este tipo de adhesivos. Se utilizan para empaques incluyendo cubiertas y sellos de cartón, no son costosos y son ampliamente disponibles. Tienen buena fuerza adhesiva, reducida estabilidad térmica y reducida compatibilidad con algunas resinas y ceras. Presentan buena retención de sus propiedades a baja temperatura.

2.9.2 Base Polietileno.

Son la segunda categoría más grande. Su aplicación se centra al empaque en general. No se desempeñan tan bien como los EVA a altas temperatura, tienen menos pegajosidad y una limitada fuerza de pelado (peel). Son más resistentes a grasas y aceites. Se desempeñan bien sobre materiales porosos y tienen una gran facilidad para unir sustratos no flexibles a bajas temperaturas.

2.9.3 Base Poliolefinas Amorfas.

Abarcan cerca del 15% del mercado. Se forman cuando el polietileno cristalino se reemplaza con polipropileno atáctico. Es un adhesivo amorfo, blando y con más propiedad de pegado (tack). Se usan ampliamente en la adhesión de papel y envolturas de una gran variedad de sustratos.

2.9.4 Base Hule.

Son los de desarrollo más reciente y los más prometedores. Esta categoría incluye copolímeros en bloque y fueron introducidos por Shell Chemical Company serie Kraton. En 1988 ocuparon el 10% del mercado con un crecimiento anual de 5.6% desde 1982. La mayor aplicación de éstos está en los dispositivos no tejidos, también en el etiquetado sensible a la presión y sellos. Los "hot melts" base hule se encuentran en constante crecimiento.

2.9.5 Base Poliamidas.

Se consideran materiales de alto desempeño. Exhiben buena resistencia a altas temperaturas y se usan principalmente en aplicaciones estructurales como el calzado, mobiliario, unión de la costura lateral sobre metales y componentes de latas. Tienden a usarse en aplicaciones más especializadas, como en la industria del vestido.

2.9.6 Base Poliésteres.

También son adhesivos de alto desempeño. Tienen alta resistencia de enlace y excelente resistencia a solventes. Son capaces de formar adhesiones fuertes sobre una gran variedad de sustratos, pero su uso principal se encuentra en los textiles como el algodón y el poliéster. Otras aplicaciones incluye el mobiliario y las suelas de zapato.

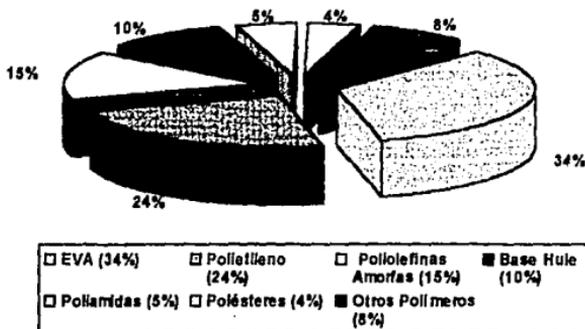
2.9.7 Base Otros Polímeros.

Incluye adhesivos celulósicos, elastómeros termoplásticos, formulaciones acrílicas y base poliuretanos. Los más importantes son los "hot melts" reactivos, que requieren de entrecruzamiento. Los métodos de curado incluyen humedad, radiación, calor y oxidación. Éstos se usan en aplicaciones estructurales, libros y empaque. Su elevado costo es la gran barrera que impide el desarrollo de este tipo de adhesivos.

En la figura No. 8 se encuentra la distribución del mercado de los "Hot Melts", y en la figura No. 9 podemos observar los usos más frecuentes de este tipo de adhesivos.

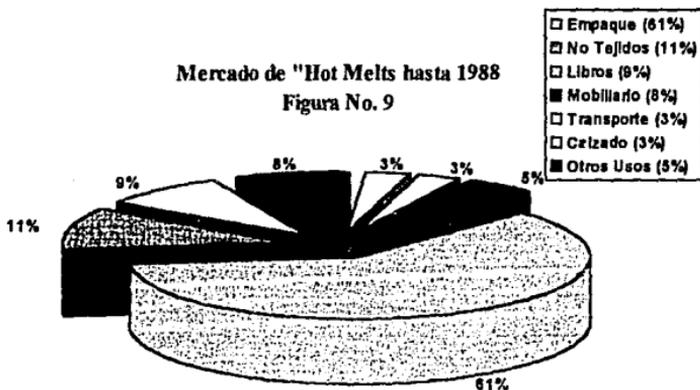
Porcentaje del Mercado en 1988.

Figura No. 8



Mercado de "Hot Melts hasta 1988

Figura No. 9



2.10 Presentación de los Adhesivos "Hot Melt"....(2)

Ha habido una innumerable variedad de presentaciones. Se pueden obtener en forma de cilindros, cubos, gránulos irregulares en una gran variedad de tamaños, barras y tambores. Se preparan en esta forma para poder alimentarse dentro del equipo aplicador, o para poder manejarse mejor antes de la aplicación.

El resultado de esta gran variedad de formas fué la contaminación del adhesivo por su excesivo manejo manual. La última tecnología desarrollada a base de las necesidades del consumidor y de las máquinas, maneja dos formas básicas: los pellets y tablillas, los cuales se adaptan a los aplicadores convencionales y permiten la automatización de la manipulación del adhesivo. Su forma permite el desarrollo del transporte automático desde el embarque, hasta los fundidores, y su adición automática a estos últimos.

2.11 Equipos Utilizados para la Aplicación de los "Hot Melts"(2), (3)

Hay tres métodos para la aplicación de estos adhesivos:

2.11.1 Rodillo.

Es el equipo más simple. Consta de un rodillo que se encuentra parcialmente sumergido en el recipiente donde se encuentra el adhesivo fundido. Al girarse la rueda, el adhesivo sale del recipiente y la cantidad de éste se controla mediante una navaja ajustada a un cierto espesor. Al tocar la rueda con el adhesivo al sustrato, se transfiere el material hacia el sustrato.

Ventajas:

- Es el más versátil de todos los métodos.
- Maneja un amplio rango de viscosidades.
- Por naturaleza es intermitente, solo el material que toque la rueda se llenará de pegamento, el restante regresa al recipiente.
- Buen control de la cantidad.
- Se logran buenas velocidades de aplicación.
- Son fáciles de encontrar en el mercado, incluyendo refacciones.

2.11.2 Extrusores de Tornillo.

Es una modificación del método industrial común de extrusión de plásticos. Se tiene un extrusor con calentamiento en el barril, el cual, por medio del tornillo, arrastra a los pellets. Éstos se derriten y se comprimen. El adhesivo líquido se aplica a la superficie mediante un dado que se encuentra al final del extrusor. El proceso es continuo.

Ventajas:

- El adhesivo se calienta sin la presencia de aire.
- Prácticamente puede utilizar todo el intervalo de viscosidades de los "hot melts" comerciales.
- Es el método más rápido para fundir al adhesivo.
- Se tiene una aplicación continua.

2.11.3 Aplicadores de Boquilla.

Se funde al adhesivo en un recipiente con calentamiento, que puede ser mediante aceite caliente, aire caliente, resistencias eléctricas, etc. El adhesivo, una vez derretido, fluye a un mecanismo de bombeo, generalmente una bomba dosificadora, o un pistón de aire. El "hot melt" presurizado, se aplica mediante boquillas que se encuentran a la salida del mecanismo de bombeo. Se puede obtener una operación continua o interrumpida.

Ventajas:

- Equipo capaz de aplicar en varias posiciones.
- El tamaño de la boquilla y la presión aplicada son controladores efectivos de la cantidad de adhesivo aplicado.
- Se pueden hacer aplicaciones intermitentes desde 2000 hasta 3000 ciclos por minuto.
- Maneja todo tipo de "Hot Melts".
- Puede manejar un amplio rango de viscosidades.
- Se pueden alimentar varias boquillas con una sola bomba.

2.12 Manipulación de los Adhesivos "Hot Melt"(2)

2.12.1 Características de fundido.

Si uno observa dentro del recipiente donde se encuentra fundido el adhesivo, únicamente puede analizar la parte superior. Esta vista muchas veces interfiere con el entendimiento de lo que realmente pasa adentro del tanque. Si el recipiente fuera de vidrio, y lo viéramos lateralmente observaríamos lo siguiente:

Si la forma del "hot melt" son pellets. Se observa que al agregarlos al tanque, los del fondo se derriten, mientras que la superficie permanecen sin derretir. Esto es debido a que hay aire que empuja a los pellets hacia arriba. El fundido de los pellets ocurre en la interfase de los pellets y el líquido fundido. Así se va derritiendo poco a poco. Desde arriba se observaría que los pellets no se están fundiendo. La transferencia de calor ocurre en la capa más alta del tanque, sin que el líquido se afecte. Como la mayoría de los aplicadores, toman el líquido de los niveles bajos del tanque, se tiene que el líquido se encuentra en la salida a temperatura y viscosidad constantes, lo que representa una gran ventaja.

Si se usan tablillas, éstas tienden a asentarse en el fondo del tanque. Se encuentran rodeadas por el adhesivo en forma líquida, proporcionando mayor área de transferencia de calor. Esto implica que más adhesivo se derrite, por lo que puede adicionarse una mayor cantidad de tablillas al tanque, aumentando así, el tiempo de adición de material al recipiente.

2.12.2 Procedimientos de Limpieza del Equipo.

- 1.- Calentar el equipo a 135 °C. aproximadamente y drenar el adhesivo líquido del recipiente. Limpiar con papel y las esquinas con espátula.
- 2.- Adicionar el adhesivo que se va a usar, en el recipiente. La cuarta parte de su capacidad será suficiente. Calentar hasta la temperatura de operación adecuada.
- 3.- Operar los rodillos, bombas y boquillas para eliminar el adhesivo usado anteriormente y a la cuarta parte del tanque con adhesivo nuevo.
- 4.- Drenar el tanque de fundido nuevamente hasta que no se vean rastros de cenizas u otros contaminantes.
- 5.- Limpiar filtros y adicionar el adhesivo a utilizar.

3. Adhesivos "Hot Melt" Sensibles a la Presión.

3.1 Introducción....(5)

Los adhesivos sensibles a la presión constituyen un segmento significativo de la industria de los adhesivos base elastómeros. El mejor ejemplo de este tipo de adhesivos, es el sistema consistente en una cinta de material flexible, recubierta por una masa pegajosa. Lo pegajoso (tack), o adhesividad instantánea, no debe de ser tan grande como para exceder las fuerzas cohesivas del material; de otro modo, el material se rasgaría.

Estos materiales carecen de buena fuerza adhesiva, debido a que deben de ser blandos para ser permanentemente pegajosos. Deben de mostrar propiedades pegajosas en casi cualquier sustrato, y también es necesario que se separen de ellos limpiamente, sin dejar residuo.

Sus primeras aplicaciones comerciales fueron en cintas quirúrgicas y etiquetado para cables eléctricos. Estos adhesivos no se levantaban limpiamente de las superficies. Ahora se ofrece una amplia variedad de materiales de respaldo, como papel crepé, hoja de aluminio, películas de políester, polietileno, polipropileno, etc. Los adhesivos se pueden aplicar a estos materiales en solución, por medio de rodillos o por aplicación en fundido (Hot Melt).

Otra aplicación de los adhesivos sensibles a la presión, es en el etiquetado. Las etiquetas sirven para identificar productos y generalmente se protegen con un material, como el papel encerado, el cual se remueve al momento de usarse.

Actualmente los "Hot Melts" sensibles a la presión, deben su auge industrial a que son compatibles con las altas velocidades de producción, bajo costo de la materia prima y eliminan la necesidad de separar o recuperar solventes, lo que favorece la economía de los procesos de producción.

3.2 Características....(5)

Son materiales capaces de mantener unidos a objetos cuyas superficies se ponen en contacto y se aplica una pequeña presión, durante un breve lapso de tiempo, a temperatura ambiente. La diferencia entre los adhesivos de contacto y los sensibles a la presión, es que los primeros no requieren de presión para formar el enlace.

Los adhesivos sensibles a la presión deben de tener:

- Propiedades viscosas que permitan el flujo.
- Capacidad para disipar energía durante la adhesión.
- Comportamiento elástico parcial.
- Tendencia a resistir el flujo excesivo.
- La habilidad de almacenar la energía de ruptura del enlace para proporcionar fuerza de pelado (peel) y propiedades pegajosas (tack).

En otras palabras, deben de ser materiales viscoelásticos.

Éstos incluyen, en orden decreciente de volumen y ascendente en precio, formulaciones hechas a base de los siguientes materiales: hule natural, hule base estireno - butadieno, hule butilo, hule butadieno - acrilonitrilo, elastómeros termoplásticos, poliácridatos y silicones.

Normalmente los adhesivos sensibles a la presión se encuentran como un sistema "hot melt" o con solventes. El sustrato se recubre con el material y, usualmente, no hay curado dentro de la operación. Los sustratos, a temperatura ambiente, son pegajosos permanentemente y no requieren de activación con calor, agua o solventes.

3.3 Composición....(6), (7)

3.3.1 Polímero.

Dentro de los adhesivos sensibles a la presión, los polímeros más usados son los copolímeros en bloque, hule - estireno. Estos copolímeros son del tipo A-B-A, en los que A representa un bloque de estireno y B uno de hule. Son preparados comercialmente mediante polimerización aniónica en un solvente hidrocarbonado, usando un catalizador de alquil-litio. El bloque de hule se puede hidrogenar para dar una poliolefina (etileno/butileno). Los productos que han adquirido una importancia industrial significativa son del tipo S-B-S, S-I-S y S-EB-S, cuyas estructuras son mostradas en la figura No. 10:

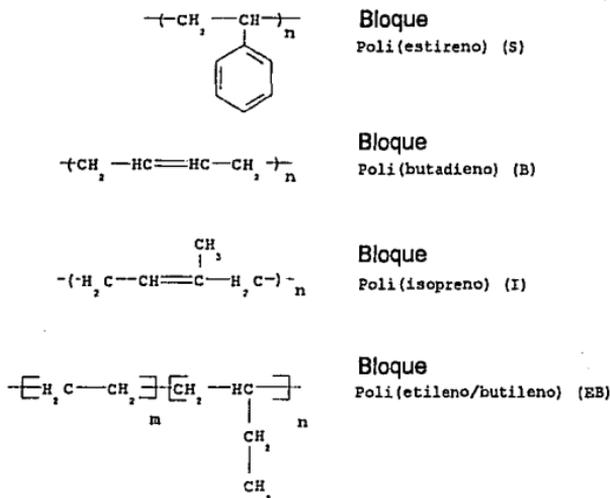


Figura No. 10 Bloques de los Polímeros usados en PSA

La utilidad de estos copolímeros en bloque en los adhesivos es una consecuencia directa de su estructura única. Tienen un final de bloque de poliestireno y en medio del bloque contienen un hule. Debido a su estructura y a la incompatibilidad termodinámica de los bloques termoplásticos y elastoméricos, existe una morfología de dos fases. Los bloques de poliestireno migran para formar dominios que se encuentran dispersos en la fase elastomérica. A temperatura ambiente los bloques de poliestireno forman un sistema de dos fases, un entrecruzamiento físico que actúa reversiblemente, atando al elastómero a una red en tercera dimensión.

Los dominios de poliestireno, al calentarse el material, pierden temporalmente su fuerza. Ésto permite que ya sea cuando se disuelven en un solvente o cuando se aplica fundido el material, pueda existir flujo. Cuando el solvente se evapora, o el material se enfría, los dominios de poliestireno solidifican y vuelven a formar sus dominios, dando una red tridimensional, que le permite alcanzar nuevamente su fuerza cohesiva, como se observa en la figura No. 11.

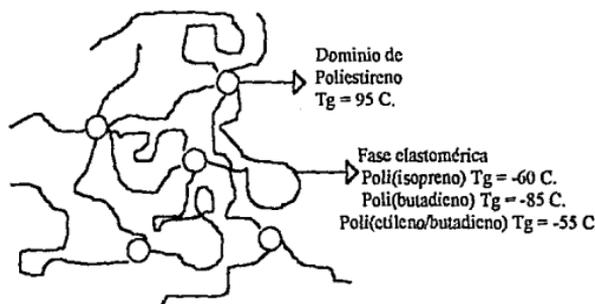


Fig. 11 Representación de la Estructura de un Copolímero en Bloque

Estos polímeros son relativamente, de bajo peso molecular. Se encuentran en el intervalo de los 50,000 a los 150,000 g/gmol. Al ser procesados sin solvente, el adhesivo se mezcla y se aplica a temperaturas arriba de la temperatura de transición vítrea de los bloques de poliestireno. Las temperaturas normales de mezclado varían de 150 - 180 °C. A estas temperaturas, la red elastomérica se deshace, dando como resultado viscosidades que permiten procesar al material en equipos de aplicación de "Hot Melts". Las ventajas de este tipo de aplicación son las altas velocidades de aplicación y de secado, el bajo consumo de energía y la no contaminación del aire.

Los copolímeros en bloque más utilizados contienen de un 15 a un 30 % en peso de poliestireno. De los tres tipos, los S-I-S son los más utilizados como sensibles a la presión debido a su bajo módulo. También la fase del poli(isopreno) es compatible con muchas resinas. Los S-B-S pueden formularse para obtener un módulo relativamente alto. Son menos pegajosos que los S-I-S al mezclarse con resinas, sin embargo son más económicos. Los S-EB-S tienen un módulo relativamente bajo, no tanto como los S-I-S, pero gracias a su alta saturación, son resistentes a la humedad, al ozono y al oxígeno por mucho tiempo. Tienen también una buena compatibilidad con muchas resinas.

La serie Kraton de la compañía Shell, ofrece la series D y G. La serie D son copolímeros S-I-S y S-B-S. En éstos la fase elastomérica se encuentra insaturada. Exhiben buena estabilidad térmica, color, permeabilidad y resistencia a la humedad. La serie G incluye a los copolímeros S-EB-S y S-EP-S. Éstos se obtienen por hidrogenación por lo que la fase elastomérica se encuentra saturada. Son productos de alto desempeño, los cuales tienen una gran mejora en las características anteriormente mencionadas.

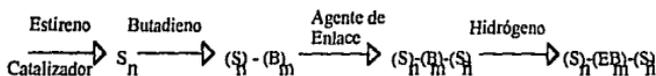


Fig. 12 Proceso para la Obtención de Copolímeros en Bloque

3.3.2 Resina.

Aunque los copolímeros en bloque tengan propiedades pegajosas inherentes, la fuerza del enlace desarrollado al aplicarlos a un sustrato, puede resultar inadecuada para la mayoría de los usos. Por esta razón se le adicionan a estos materiales resinas con propiedades pegajosas.

Debido a que los copolímeros en bloque son sistemas de dos fases, los componentes de la formulación deben de ser caracterizados de acuerdo a la fase en la que se van a concentrar. Los materiales alifáticos y nafténicos, generalmente se concentran en el bloque de en medio, en la fase elastomérica; mientras que los materiales aromáticos tienden a irse al final del bloque, en los dominios del poliestireno.

Las resinas de alto peso molecular, o muy polares, son generalmente incompatibles con cualquiera de las fases, formando así una tercera fase.

Las resinas son el componente crítico en este tipo de adhesivos, debido a que pueden influenciar dramáticamente las propiedades de adhesión y las propiedades mecánicas del adhesivo. Estas resinas son generalmente materiales amorfos y quebradizos, cuyos pesos moleculares varían entre los 300 y los 3,000 g/gmol y sus puntos de ablandamiento están en el intervalo de los 50 hasta los 150 °C.

Las resinas se pueden clasificar en:

Tabla No. 2

Resinas Compatibles con la Fase Elastomérica.	Resinas de politerpenos naturales. Resinas de ésteres de ácido rosínico. Resinas sintéticas de C4. Resinas aromáticas hidrocarbonadas.
Resinas Compatibles con los Dominios de Poliestireno.	Resinas a base de carbono. Resinas de hidrocarburos aromáticos del petróleo. Resinas aromáticas de monómeros puros.

Las resinas compatibles con el elastómero, tienden a concentrarse primeramente en la fase de en medio del bloque del copolímero. En la mayoría de los casos, tienden a ablandar al hule y a hacerlo menos elástico. Estas resinas son el ingrediente principal en los adhesivos sensibles a la presión, ya que causan el desarrollo de las propiedades pegajosas del material.

Las resinas compatibles con los dominios de poliestireno, tienden a concentrarse en los extremos del bloque. Como tienden a incrementar esta fase, tienden a aumentar la rigidez del material, pueden inclusive hacerlo quebradizo. Debido a que estas resinas tienen un alto punto de ablandamiento, incrementan la temperatura de servicio de estos adhesivos.

El escoger una resina, afecta las propiedades del adhesivo, desde el punto de vista de pegajosidad, fuerza adhesiva, retención del color y de la resistencia al resquebrajado durante la oxidación.

3.3.3 Plastificantes.

Los plastificantes son, generalmente, aceites de relativamente bajo peso molecular y bajos puntos de ablandamiento. Se dividen en:

Tabla No. 3

Plastificantes Compatibles con el Elastómero.	Aceite parafínico nafténico de proceso. Resinas alifáticas de bajo punto de ablandamiento. Ceras.
Plastificantes Compatibles con los Dominios de Poliestireno.	Aceite de proceso aromático. Ésteres de bajo peso molecular. Resinas aromáticas de bajo punto de ablandamiento.

Los que se concentran en el bloque de en medio del copolímero, sirven para ablandar al adhesivo e incrementar sus propiedades pegajosas agresivas. La concentración de éstos es generalmente baja debido a que el plastificante, puede tener un efecto deteriorante en las propiedades adhesivas.

Los plastificantes de final de bloque, generalmente no se usan en este tipo de adhesivos, debido a que reducen la temperatura máxima de servicio.

3.3.4 Estabilizadores.

Los estabilizadores son muy importantes dentro de la formulación. Generalmente se incluyen antioxidantes como los fenoles estéricamente impedidos, pero también se pueden añadir inhibidores de rayos ultravioletas o ingredientes resistentes al ozono. La cantidad de estabilizadores que llevará el adhesivo depende exclusivamente del uso que se le va a dar.

3.3.5 Cargas.

Las funciones de estos materiales son la de pigmentar al adhesivo, incrementar un poco la rigidez de éste o abatir el costo. Pueden ser talcos, sílica o arenas.

3.4 Desempeño de los Adhesivos Sensibles a la Presión Base Elastómeros....(8)

3.4.1 Función de las Resinas en el mojado de la superficie.

Los adhesivos sensibles a la presión requieren de un conjunto de propiedades únicas. No necesitan de un solvente o agua, para que el adhesivo sea suficientemente fluido y efectúe un buen contacto con el sustrato. La masa misma de adhesivo debe mojar al sustrato y deformarse en la interfase para poder, así establecer un buen enlace. Para lograr ésto, el adhesivo debe de tener un módulo de elasticidad, relativamente bajo, así como tiempos de relajación cortos, para poder liberar el esfuerzo interno. La adhesividad instantánea (tack) de estos sistemas depende fuertemente de las propiedades viscoelásticas. Un grado, aunque sea bajo, es absolutamente necesario.

El contacto entre el adhesivo y el sustrato, debe de realizarse en una escala molecular, para así obtener el flujo adecuado y las características necesarias de mojado, con el fin de una buena adhesión hacia el sustrato. Cuando el flujo y el mojado son pobres, se puede observar fácilmente a simple vista, pero el efecto de estas deficiencias en microescala, aparece como un contacto incompleto entre el adhesivo en cada fisura o poro en el sustrato. El enlace incompleto reduce el área para sostener la carga. Aún más, los poros no cubiertos, actúan como puntos de concentración de esfuerzos, donde puede empezar una falla que se propagará de poro en poro.

Las resinas también aumentan la adhesión de los elastómeros no polares, mediante el incremento de su resistencia a la humedad y de su polaridad y también por la alteración de sus propiedades viscoelásticas. El reducir su recuperación elástica y facilitar la deformación plástica, hace que el material sea capaz de hacer contacto más íntimamente con la superficie, dando como resultado mayor fuerza adhesiva.

Por otro lado, los elastómeros dentro del adhesivo, generalmente retienen algo de recuperación elástica. La buena fuerza de pelado (peel), es una consecuencia de la habilidad de absorber energía y de poder estirarse, antes de que ocurra la ruptura.

Desafortunadamente, las pruebas comunes en los adhesivos, dan muy poca información acerca de las fuerzas interfaciales que operan en el enlace adhesivo. Existe evidencia de que la falla del enlace puede ocurrir en la interfase del adhesivo. Después de removerse el adhesivo, parece que quedan sobre la superficie, una o dos capas monomoleculares.

3.4.2 Función de las Resinas en la Pegajosidad.

La pegajosidad (tack), es un término cuyo significado todavía no es muy claro y su interpretación varía de acuerdo con el tipo de adhesivo utilizado. La pegajosidad representa una combinación de varias propiedades físicas. Se mide generalmente aplicando presión con el dedo, pero, obviamente, no es una medida cuantitativa.

En la tecnología de los adhesivos, la pegajosidad, se define como una propiedad del material, que le permite formar un enlace de poca fuerza, inmediatamente después del contacto con otra superficie, al aplicar poca presión. Es una función de las propiedades reológicas, fuerza de cohesión, módulo de elasticidad y recuperación elástica del material. Esta propiedad es sensible a variaciones en la presión, temperatura, velocidad de aplicación, presión de desprendimiento y tiempo de contacto. Este tipo de enlace falla cohesivamente a microescala.

Las resinas con menor punto de ablandamiento, dan una mayor pegajosidad, pero solo en concentraciones altas. Sin embargo la variación de la pegajosidad con la concentración de resinas, puede explicarse mediante el efecto en las propiedades viscoelásticas de la masa adhesiva. Las resinas causan que disminuya el módulo de elasticidad del hule. Esto da como resultado un mejor mojado del sustrato, lo que incrementa el área de contacto y aumenta la pegajosidad. Si este mecanismo continúa hasta que el efecto de la resina sea aumentar la T_g (temperatura de transición vítrea) del material arriba de la temperatura ambiente, resultaría un material quebradizo e imposibilitado de mojar la superficie. En esta fase la pegajosidad desciende rápidamente hasta cero.

El incrementar el tiempo de contacto, incrementa el valor de la pegajosidad, debido a que el adhesivo fluye por más tiempo sobre la superficie, haciendo mayor contacto con ésta. También desplaza la concentración en que ocurre el máximo "tack", ya que a concentraciones en donde la T_g del material está cerca de la temperatura ambiente, el adhesivo tiene más tiempo de mojar la superficie y se detectará pegajosidad.

A continuación en la fig. No. 13 se ilustran los puntos anteriores:

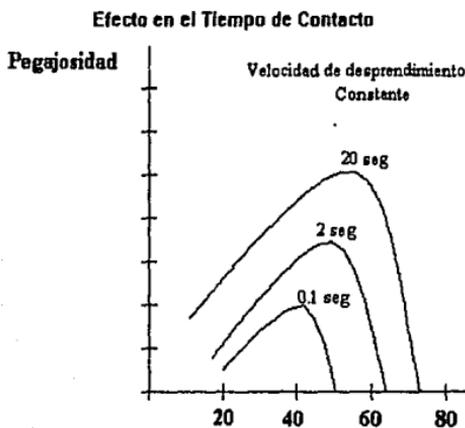


Fig. 13 Concentración de Resina

En la fig. 14, la velocidad de desprendimiento tiene dos efectos en la pegajosidad. Fija el punto de máxima pegajosidad y el valor de la pegajosidad misma. El incremento de la velocidad de desprendimiento del enlace o velocidad de deformación, causa el decremento de la concentración de resina cuando la Tg. de la mezcla es mayor que la temperatura ambiente (Punto de pegajosidad 0 en la figura No. 14). Esto se debe a que la temperatura de transición vítrea es dependiente de la velocidad de deformación, entonces, la concentración donde el máximo "tack" ocurre es menor.

Efecto en la velocidad de Deformación

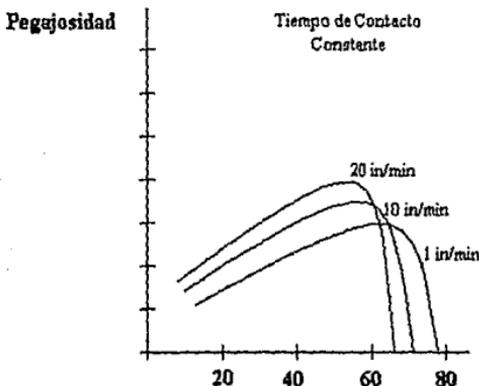


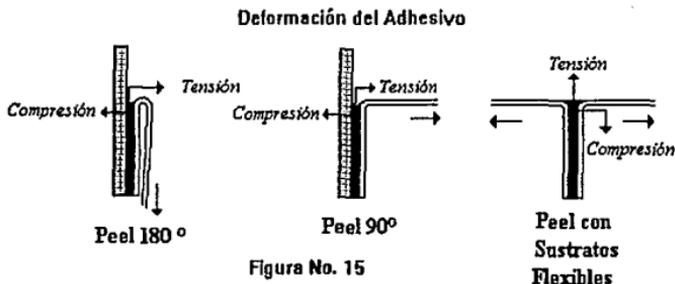
Fig. 14 Concentración de Resina

El cambio de energía superficial del sustrato altera el valor de la pegajosidad, pero no altera la concentración de resina, en que el valor máximo de esta propiedad sucede.

3.4.3 Función de las Resinas en la Fuerza de Adhesión.

La fuerza de adhesión, disminuye al incrementarse la concentración de resina. El grado de decremento, depende del tipo de resina. La elongación última de dichas mezclas, se incrementa rápidamente al incrementarse la concentración de las resinas de un 50 a un 75 %.

El uso y la interpretación de las pruebas de pelado, deben de hacerse de manera cuidadosa. Durante el pelado, el esfuerzo se soporta a través de una línea que cruza el material. Entonces aunque las cargas aplicadas sean relativamente pequeñas, resultan en cargas altas por unidad de longitud transversal de pelado. Al remover un sustrato flexible de un enlace adhesivo mediante estas fuerzas, implica una deformación del adhesivo. Esta deformación, generalmente es causada por el flujo del adhesivo al ser sometido a fuerzas de tensión en el lugar donde se está pelando y a fuerzas de compresión inmediatamente abajo del lugar de pelado. En la figura No. 15 se muestran las deformaciones que sufre el adhesivo al someterse a algún esfuerzo:



El esfuerzo de tensión aplicado durante la prueba es una función del módulo de elasticidad del adhesivo, de la dureza del sustrato, así como del espesor de la capa adhesiva. Aunque el adhesivo se aplique con poca presión, al recibir una fuerza de compresión en el pelado, hará que se tenga un mejor contacto, por lo consiguiente mayor adhesión. Las fuerzas de compresión son mayores a 180°, después a 90° y por último cuando ambos sustratos son flexibles.

El valor de pelado también depende de la velocidad en que se separe el sustrato. Este valor aumenta hasta el punto de cedencia del material y disminuye después de éste.

3.4.4 Función de las Resinas en la Fuerza Cohesiva.

Generalmente a menor concentración de resinas, mayor fuerza cohesiva. Las resinas con un alto punto de ablandamiento, hacen que el adhesivo tenga una mayor fuerza de cohesión. Esta característica es deseable para adhesivos con mayor fuerza de desgarre. La cohesividad debe de ser mayor que la adhesividad, para evitar que el adhesivo no se resbale de un objeto.

Se deben de seleccionar cuidadosamente los componentes del adhesivo para lograr un buen flujo y habilidad de mojado, pero a la vez una buena fuerza cohesiva que permita que el material no se resbale.

3.5 Procesamiento....(6), (7)

El objetivo de la tecnología de procesamiento es mezclar, satisfactoriamente, todos los componentes del adhesivo, y darle una forma y viscosidad, manejables en equipos de aplicación estándar. Debido a que el polímero es el ingrediente con más viscosidad, las características del procesamiento dependerán de éste.

La viscosidad del polímero está fuertemente determinada por la red estructural, creada por los dominios del final de bloque del poliestireno. Entonces, la clave para lograr que el procesamiento sea satisfactorio, es desatar los dominios de poliestireno. Esto se logra agregando solventes al adhesivo o, en aplicaciones termofusibles, mediante el procesamiento en equipo de alto esfuerzo cortante a temperaturas arriba de la T_g del poliestireno.

Los adhesivos termofusibles base copolímeros en bloque, generalmente se mezclan en un intervalo de temperaturas de 150 a 180 ° C. El tipo de mezcladora depende de la viscosidad del adhesivo fundido y de su composición. Los S-EB-S se pueden mezclar con bajo esfuerzo de corte en tiempos relativamente altos. Los S-B-S y los S-I-S, no se pueden mezclar así, ya que se degradarían con los tiempos prolongados a altas temperaturas.

Las claves para tener un mezclado satisfactorio son:

- Minimizar el tiempo en que el adhesivo se encuentre caliente.
- Minimizar el contacto del adhesivo con el aire, mediante el uso de gases inertes.
- Evitar altas temperaturas de mezclado.

Estos requerimientos se pueden alcanzar usando mezcladoras de alto esfuerzo cortante, o mediante el uso de extrusores continuos.

Después de mezclado, el adhesivo puede descargarse de la mezcladora, directamente al tanque del equipo aplicador, éste mantiene fundido al adhesivo hasta que sea enviado al aplicador. En caso de que se tengan que embarcar, se pueden descargar en tambores, que posteriormente se calentarán para poder ser vaciados en los equipos aplicadores.

3.6 Aplicaciones....(5)

Aunque los usos en cintas adhesivas quirúrgicas y de celofán son muy conocidos, el uso de los adhesivos sensibles a la presión en la industria es menos familiar. En esta categoría las aplicaciones se pueden dividir en:

3.6.1 *Atadura de Objetos.*

Algunos objetos, en su transporte se mantienen unidos mediante cintas sensibles a la presión. Por ejemplo, las puertas con sus bisagras y tornillos, se mantienen unidos durante el transporte por este tipo de cintas. También los cables en los transformadores, etc.

3.6.2 *Encubrimiento.*

Se usan cintas cuando se pinta con spray, para cubrir superficies que no se quieren pintar. Esta operación ocurre en todas las áreas de manufactura, desde máquinas de escribir, hasta el pintado de aviones. Se tiene la ventaja que los adhesivos sensibles a la presión, no dejan residuo sobre la superficie.

3.6.3 *Sellado.*

Hay muchos trabajos de empaquetado, donde las cajas deben de sellarse, con el fin de que no se abran y los productos queden protegidos contra la humedad y otros elementos. Estos trabajos de sellado se hacen eficientemente con este tipo de cintas adhesivas.

3.6.4 *Protección.*

Algunos objetos, tales como espejos, algunos artículos de acero inoxidable, etc., deben de protegerse con cintas sensibles a la presión, con el fin de que no se rayen o sufran daños en su superficie.

3.6.5 *Reforzado.*

Estas cintas se usan también para reforzar piel, textiles y productos de papel como billeteras, bolsas de mano, etc. También se usan para reparar mapas, dibujos, fotografías, etc.

3.6.6 *Empalmado.*

En la industria del tejido se empalma el final de un rollo de material, con el principio de otro rollo del mismo material, mediante cintas sensibles a la presión.

3.6.7 Como Patrón.

En el diseño decorativo, los patrones con diseños de nombres, etc., se hacen sobre cintas sensibles a la presión, para poder ponerlos y quitarlos sobre superficies metálicas, de vidrio, etc.

3.6.8 Identificación.

Se usan etiquetas sensitivas a la presión coloreadas, con el fin de identificar cables, líneas de tubería, empaques, etc. También se usan como publicidad en productos de consumo.

3.6.9 Empaque.

En la industria, generalmente se usan estas cintas, para sellar bolsas y evitar la contaminación. Algunas cajas de plástico para verduras se sellan con éstas. El gobierno de Estados Unidos especifica este tipo de cintas para empaques con alimentos.

3.6.10 Aislado.

Cintas sensibles a la presión con grado eléctrico se usan por dos motivos: para unir cables y para servir como aislante entre dos cables. Además de aislamiento eléctrico, también son utilizadas como aislamiento de calor y de ruido en la construcción de aeronaves.

3.6.11 Montado.

Por ejemplo para colocar objetos o fotografías sobre una pared, se pueden utilizar cintas con el adhesivo por los dos lados.

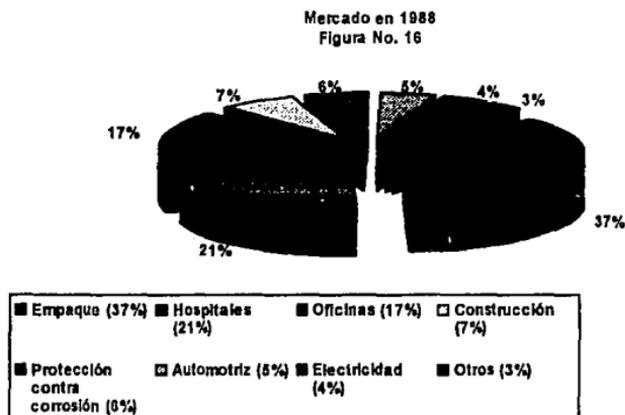
3.6.12 Aplicaciones Especiales.

Se usan cintas con "Mylar" aluminizado como conductores. También hay cintas que reflejan la luz y se usan con fines decorativos. Algunas coloreadas se usan para letreros, en gráficas, etc.

Han surgido nuevas aplicaciones para los adhesivos sensibles a la presión, debido a su seguridad, fácil aplicación, ahorro de tiempo y esfuerzo.

3.7 Mercados....(5)

Los mercados en los que los adhesivos sensitivos a la presión se mueven, son los representados por la figura No. 16.



4. Propiedades Dinámico Mecánicas de los PSA.

4.1 Introducción....(9)

En la formulación de los adhesivos sensibles a la presión (PSA), se debe de llegar a un equilibrio entre la habilidad de fluir y la fuerza cohesiva del adhesivo. Las propiedades mecánicas influyen tanto en la formación del enlace, como en la resistencia de éste a la deformación, por lo que han sido objeto de riguroso estudio.

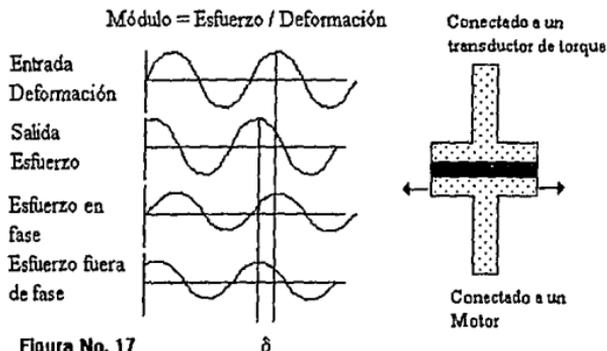
El desempeño de los PSA está relacionado tanto con la respuesta viscoelástica del material, así como de las energías superficiales del adhesivo y del sustrato. Sin embargo la viscoelasticidad es una buena guía para saber si el adhesivo puede fluir lo suficiente, como para mojar la superficie. Para su buen desempeño, estos adhesivos, deben de responder satisfactoriamente a condiciones de formación y ruptura del enlace. Debe de adherirse al sustrato cuando se forma el enlace, y exhibir una resistencia limitada al separarse de la superficie. En cada uno de estos pasos, son importantes tanto la deformación como la velocidad de deformación.

El enlace es un proceso de baja deformación y velocidad de deformación., mientras que la ruptura del enlace mediante pelado, se realiza a alta magnitud de estas dos propiedades. Las pruebas de desgarre son a baja velocidad de deformación y alta deformación. La medición de la viscoelasticidad del material, nos da una muy buena idea del comportamiento del material en estas pruebas.

4.2 Medición de las Propiedades Dinámicas Mecánicas....(10)

4.2.1 Medición por Oscilación Horizontal.

El método consiste en introducir a un material polimérico entre dos platos paralelos, y someterlo a una deformación sinusoidal. El material recibe fuerzas de desgarre en su estado de relajación. Si la deformación impuesta se monitora en un plato y el esfuerzo resultante de la deformación se capta en el otro plato, las ondas sinusoidales del esfuerzo y la deformación, aparecerían como en la figura No. 17, siempre y cuando no se rebasen ciertos límites de deformación.



El esfuerzo puede resolverse como esfuerzo en fase y fuera de fase. El componente en fase es proporcional a la deformación, y se define como G' (módulo de almacenamiento); mientras que el desfase a la velocidad de deformación, se define como G'' (módulo de pérdida).

El módulo de almacenamiento de energía, G' , es la parte del esfuerzo utilizada para deformar al material elásticamente. G'' , o módulo de pérdida de energía, es el esfuerzo utilizado para mover las cadenas del polímero. Debido a que el máximo en la función de velocidad de formación ocurre cuando se pasa por el estado de relajación (no hay esfuerzo), y el cero ocurre en los máximos de deformación; la pérdida de energía se encuentra 90° fuera de fase de la curva de deformación.

La magnitud de estos dos componentes, los cuales están relacionados con la energía almacenada y pérdida dentro del material, se puede determinar midiendo el ángulo de fase entre el esfuerzo observado y la deformación proporcionada y resolviendo el problema vectorialmente. El ángulo de fase se identifica como δ y el cociente de G''/G' resulta ser la tangente del ángulo δ . Por lo tanto si se sabe cualquiera dos de las cuatro propiedades δ , G , G' o G'' , se pueden calcular las otras.

4.2.2 Gráficas Obtenidas del Equipo.

Los experimentos para la medición de la viscoelasticidad, se pueden correr como función de la temperatura o de la frecuencia. Un barrido típico de temperatura a un adhesivo sensible a la presión se vería como en la figura No. 18:

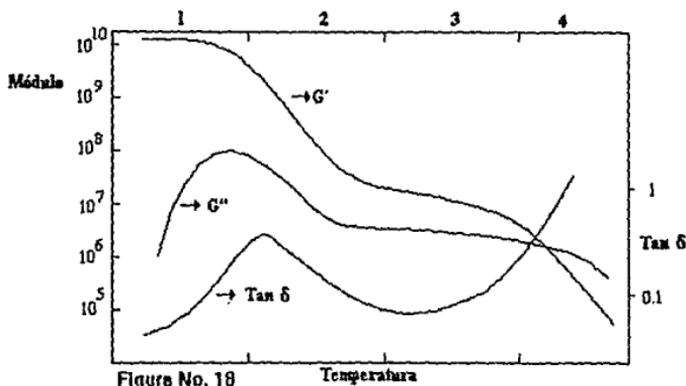


Figura No. 18

En la región 1, el polímero se encuentra en su estado vítreo. En este estado, el material es quebradizo y G' adquiere valores del orden de $1 \cdot 10^{10}$ dyn/cm². Conforme la temperatura va aumentando, la muestra se vuelve flexible en la región 2, y pasa por la temperatura de transición vítrea (T_g). El punto donde la función $\text{Tan } \delta$, tiene su máximo, se utiliza para medir la T_g del material. En la región 3, el material se comporta como hule, el valor del módulo varía entre $5 \cdot 10^6$ y $1 \cdot 10^7$ dyn/cm², dependiendo del peso molecular del material. A mayor peso molecular, se tendrá una región 3 más amplia. Al seguir aumentando la temperatura, la muestra empieza a derretirse y entra en la zona terminal. Durante este estado, se tiene un valor de módulo de pérdida mayor que el de almacenamiento. G' generalmente se encuentra abajo de $5 \cdot 10^5$ dyn/cm².

La función $\text{Tan } \delta$, tiene un máximo cerca de la temperatura de transición vítrea; un mínimo en la región 3 y se incrementa al derretirse el material. La mayoría de los polímeros tienen valores de esta función de entre 0.1 y 1.

Las propiedades viscoelásticas se pueden también medir con una temperatura fija y variando la frecuencia de la deformación. Conceptualmente los parámetros viscoelásticos a bajas frecuencias (0.1 rad/seg), se relacionan con los procesos de formación de enlace, mientras que a altas frecuencias (10 rad./seg.), se habla de ruptura del enlace. A bajas frecuencias, se tiene un bajo módulo, así como una menor temperatura a la que ocurre el máximo de $\text{Tan } \delta$, ya que el material se encuentra cerca de su estado de relajación. Si se hiciera una gráfica de temperatura en el máximo de $\text{Tan } \delta$ versus frecuencia; y se extrapolara a frecuencia = 0, la temperatura equivaldría a la temperatura medida mediante DSC.

4.3 Propiedades Dinámico Mecánicas de PSA Comerciales....(10)

Los requerimientos para cintas adhesivas y para etiquetas son diferentes, dependiendo de las aplicaciones. En general las cintas requieren un valor más alto del módulo que las etiquetas, a temperatura ambiente. G' está en el rango de $5 \cdot 10^5$ a $2 \cdot 10^6$ dyn/cm², y la T_g medida en el máximo de $\text{Tan } \delta$, de -15 a 10 °C. Para las etiquetas se requiere un módulo G' a temperatura ambiente de entre $2 \cdot 10^5$ a $8 \cdot 10^5$ dyn/cm². La temperatura de transición vítrea es diferente para aplicaciones en frío, permanentes o removibles. Las T_g de las etiquetas aplicadas en frío varían de -30 °C. a -10 °C. Las etiquetas permanentes necesitan una fuerza

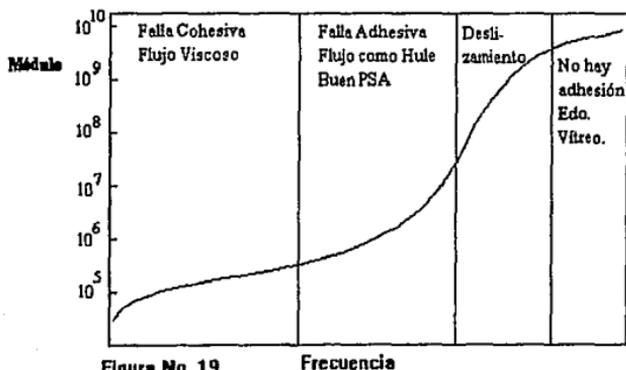
adhesiva más alta que las removibles, pero estas últimas requieren de la falla adhesiva para no dejar adhesivo sobre el sustrato.

Los requerimientos de G' para obtener una buena sensibilidad a la presión están relacionadas a las propiedades de flujo reológico de los adhesivos, en los sustratos en un tiempo reducido de tiempo. También depende de las energías superficiales del adhesivo y sustrato.

Los requerimientos de temperatura de transición vítrea están relacionados con el fenómeno de ruptura de enlace del adhesivo. El módulo a bajas frecuencias se relaciona con el mojado del adhesivo al sustrato. Los adhesivos con valores altos de G' y valores bajos de $\tan \delta$, tendrán una buena fuerza cohesiva pero, si sus valores son muy altos, no mojarán bien al sustrato en el lapso de tiempo de aplicación de presión, o requerirán mayor presión para enlazarse.

El módulo G' a altas frecuencias (100 rad./seg.) se relaciona con las pruebas de pelado y pegajosidad, mientras que a bajas frecuencias se relacionan con la resistencia al desgarrar.

A continuación se muestra la figura No. 19, explicando los tipos de falla que se pueden tener a diferentes frecuencias de deformación, en un PSA típico comercial.



4.4 Análisis Dinámico Mecánico de los Copolímeros en Bloque Serie Kraton....(10)

En la siguiente figura se muestra las propiedades viscoelásticas de las mezclas de los copolímeros en bloque serie Kraton, con resinas de bajo peso molecular. De estas gráficas se pueden obtener datos de compatibilidad. Estos copolímeros tienen dos temperaturas de transición vítrea. Una con valor de entre -90°C . y -50°C ., corresponde a los dominios de la fase de hule; mientras que la otra que corresponde a los dominios del poliestireno, tiene un valor de 100°C .

Por consiguiente las mezclas de copolímeros en bloque con resinas, también tendrán dos T_g . Éstas variarán dependiendo de la estructura y peso molecular de las resinas modificadoras. En general se pueden observar tres tipos de fenómenos en la figura No. 20.

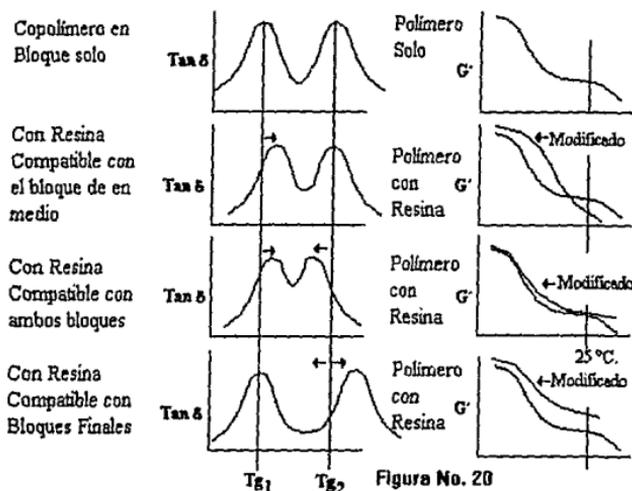


Figura No. 20

Las resinas compatibles con el bloque del hule (mitad de bloque), incrementan la Tg. de los dominios del hule, dejando la Tg. de los dominios del poliestireno intacta, ya que solo son compatibles con el hule. Estas resinas también decrecientan simultáneamente el módulo en la región huléca. También estas resinas son llamadas pegajosas (tackifying), ya que al reducir el módulo a temperatura ambiente, generan pegajosidad en la mezcla. La mayoría de las resinas alifáticas pertenecen a este grupo.

Las resinas compatibles con ambos bloques del copolímero, incrementan la Tg. del bloque de en medio, mientras que decrecientan la Tg. de final de bloque. El módulo G' aumenta.

Las resinas compatibles con los finales de bloque (dominios del poliestireno), incrementan o decrecientan la Tg. del poliestireno, mientras que no causan efecto alguno sobre la Tg. del hule. El módulo de almacenamiento se incrementa significativamente en la región huléca. Los cambios en la Tg. del poliestireno dependen de la Tg. de la resina, a mayor Tg., mayor será la Tg. del bloque y se incrementará la temperatura de desempeño del adhesivo.

4.5 Correlaciones para Determinar la Tg. de los PSA....(9), (10)

La medición de las propiedades viscoelásticas de los adhesivos, requiere del desarrollo de fórmulas que permitan estimar el desempeño de la formulación. El usar este método demuestra algunas ventajas de tiempo sobre el método de prueba y error en el desarrollo de adhesivos. La ecuación de Fox, que originalmente se desarrolló para la predicción de la Tg. de los copolímeros de acrílo en base a las Tg. de los homopolímeros, se puede usar para predecir la Tg. de las mezclas homogéneas de polímeros con resinas.

Para una mezcla polímero - resina de dos componentes, la ecuación toma la siguiente forma:...(11)

$$\frac{1}{T_{G_b}} = \frac{W_R}{T_{G_R}} + \frac{W_P}{T_{G_P}} \dots \dots \text{Ecuación No. 4}$$

en donde los subíndices R, p y b se refieren a la resina, polímero y mezcla de ambos. W es la fracción peso de cada componente y la temperatura de transición vítrea, T_g, se expresa en grados Kelvin. Con la ecuación No. 4, los adhesivos con una T_g dada se pueden formular fácilmente con la T_g de cada uno de sus componentes, las cuales se consideran conocidas.

Ocurre un dilema en la aplicación de la ecuación en una mezcla, cuando no se sabe la T_g de la resina. La determinación de T_{gR}, por análisis dinámico mecánico, no puede ser muy exacto, ya que las resinas tienen bajo peso molecular, y no son viscoelásticas. La determinación por DSC, lleva a resultados erróneos, así como el uso de T_g de mezcla sacada por DSC e introducidas a la ecuación anterior.

Sin embargo se puede calcular una T_g aparente de la resina. Se pueden medir por DMA varias mezclas de polímero y resina, en diferentes proporciones. Debido a que las fracciones en peso de los componentes del adhesivo deben de sumar la unidad, la ecuación 4 se puede reorganizar de la siguiente manera:

$$\frac{1}{T_{G_b}} = \frac{1}{T_{G_R}} + W_P \cdot \left(\frac{1}{T_{G_P}} - \frac{1}{T_{G_R}} \right) \dots \dots \text{Ecuación No. 5}$$

Una gráfica de 1/T_{G_b} vs W_p es lineal, dando como intercepción en el eje de las ordenadas 1/T_{G_R}. Esta T_g aparente puede aplicarse a más complejas mezclas multicomponentes.

Obteniendo así las T_g para los polímeros y las resinas, se pueden diseñar los adhesivos usando la ecuación de Fox. Por ejemplo, si se requiere de una etiqueta permanente, utilizando tres componentes en el sistema, se pueden encontrar formulaciones rápidamente, guiándose por los criterios de T_g, definidos en la sección de DMA de PSA comerciales y por el efecto de las resinas sobre el módulo de desgarre.

La medición de las propiedades viscoelásticas, se puede utilizar para cuantificar las diferencias en propiedades de varios tipos de adhesivos. Por ejemplo, las diferencias en la viscoelasticidad de una etiqueta permanente y una removible, son dramáticas. Aunque G' a 25 °C. son idénticas para ambos tipos, el módulo de almacenamiento como una función de la temperatura, es bastante diferente para ambos tipos. A temperaturas ligeramente menores a la temperatura de aplicación, G' para ambos adhesivos es distinto.

Se cree que los valores altos de G' entre 0 y 25 °C. son responsables de la alta resistencia a la ruptura del enlace. Para adhesivos con bajo peel, G' no se afecta considerablemente por la temperatura en este rango. Desde que la frecuencia y la temperatura son inversamente proporcionales entre ambos en términos de viscoelasticidad, el adhesivo permanente es más dependiente de la frecuencia a temperatura ambiente, que el adhesivo removible.

La temperatura de transición vítrea es bastante diferente para ambos adhesivos. Para formular un adhesivo con $T_g = -30\text{ }^\circ\text{C}$., en el caso de un adhesivo removible de bajo peel, se necesita una resina pegajosa de bajo punto de ablandamiento. Usando la ecuación de Fox, los resultados son aproximados a los reales; no son exactos, pero se puede obtener una formulación para empezar, que no requerirá de muchas modificaciones.

CAPÍTULO III

CONDICIONES DE MEZCLADO

TESIS DE LICENCIATURA

**FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS**

1. Formulaciones Realizadas.

1.1. Introducción.

Dentro de esta primera parte de la fase experimental, se describirá el desarrollo realizado para encontrar las condiciones de mezclado de los componentes del adhesivo. Para la realización del experimento, se utilizó una cámara de mezclado con controles tanto de temperatura, como de velocidad angular de las aspas, modelo Reometrix 600.

Se prepararon cuatro formulaciones para adhesivos "Hot Melt Sensibles a la Presión"; cada una de las cuales consta de hule, resina hidrocarbonada y antioxidante. Se trabaja a dos niveles de resina: 55 y 65 %. En cada nivel de resina, los porcentajes están compuestos por diferentes proporciones de dos resinas distintas.

El hule es un copolímero en bloque Estireno-Etileno/Butileno-Estireno (SEBS); cuyo proveedor es "Shell Chemical Company Corporation", y la marca registrada de este hule es *KRATON GX 1657*. La resina hidrocarbonada consiste en un producto distribuido por "Química Hércules Inc.", cuya marca es *Regalrez 1085*. El antioxidante fué proporcionado por "Ciba-Geigy Corporation", cuya marca está registrada como *Irganox 1010*. En la segunda, tercera y cuarta formulación se incluye otra resina denominada *Regalrez 1018*, de la misma compañía.

1.2. Descripción de los componentes de las mezclas.

A continuación se incluyen tanto las hojas técnicas, como la descripción de algunas propiedades de los materiales, que los distribuidores reportan acerca de sus productos.

1.3. Hule Kraton GX 1657.(12), (13)

1.3.1. Características de los hules "Kraton".

Son termoplásticos fuertes y elásticos. Son elastómeros de alto desempeño, diseñados para un amplio espectro de usos.

La extraordinaria versatilidad de estos hules está vinculada con su estructura molecular, la cuál puede ser controlada con precisión, lo que hace que el polímero pueda servir para aplicaciones específicas.

Los elastómeros "Kraton" son una combinación inusual de alta fuerza y baja elasticidad, lo que los hace fáciles de procesar a elevadas temperaturas o en solución. Su fuerza es igual a la del hule vulcanizado, pero éste no requiere vulcanización. Mantiene su flexibilidad a temperaturas abajo de 80 °C.

Al mezclarse son compatibles con otras sustancias, como aceites, resinas, etc., lo que hace posible formulaciones en una amplia gama de productos como adhesivos sensibles a la presión, selladores, asfaltos con hule o geles con aceite flexibles.

La versatilidad del hule puede usarse en numerosas técnicas de procesamiento como inyección, moldeado en sus múltiples modalidades, "Hot Melts", etc. En estos procesos el hule puede ser reciclado sin que pierda sus propiedades físicas.

Los hules "Kraton" de la serie G, tienen algunas otras ventajas como mayor resistencia a la oxidación y a la humedad, temperaturas de servicio más altas y mayor estabilidad en el procesado.

CONDICIONES DE MEZCLADO

1.3.2. Estructura del hule "Kraton GX 1657".

Cada molécula del hule consiste en bloques de estireno y bloques de hule. Cada bloque se compone de 100 unidades de monómero o más. En el caso de este hule se tiene un 65% de una estructura lineal organizada en tribloques y un 35 % en dibloques.

Los tribloques serán del tipo (Estireno-Etileno/Butileno-Estireno), mientras que los dibloques seguirán la forma (Estireno-Etileno/Butileno), como se muestra en la fig. No. 1:

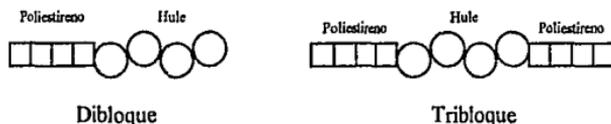


Figura No. 1 Estructura de los Dibloques y Tribloques

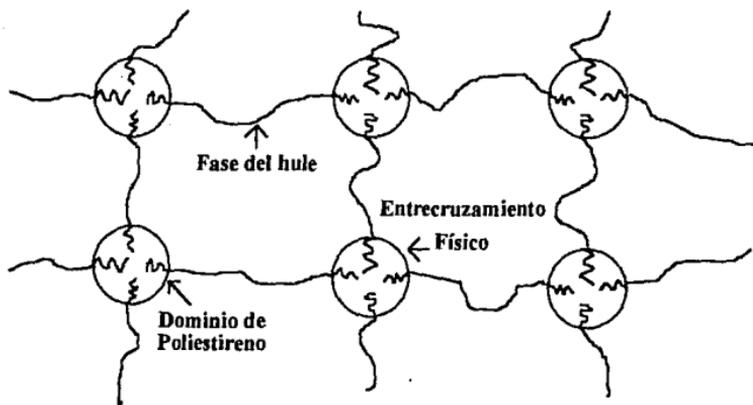
En los tribloques, antes de procesarse el hule, los poliestirenos del final del bloque, se asocian en estructuras rígidas, dando lugar a un "entrecruzamiento físico", el cual hace posible una red tridimensional. Durante el procesamiento, con la presencia de calor y esfuerzo de desgarre, el asociamiento de poliestirenos se ablanda y permite el flujo. Al enfriarse, se asocian nuevamente los poliestirenos y hacen que el hule se endurezca, volviendo a formar la red.

El "entrecruzamiento físico" y el efecto de reforzamiento de los estirenos, son los causantes de que el hule tenga una alta fuerza tensil. Los bloques de hule de en medio, dan elasticidad a la molécula. Debido a que el entrecruzamiento es reversible, el hule puede ser reciclable.

Los dibloques de estireno y hule, dan a la molécula propiedades reológicas únicas en los solventes, asfaltos y aceites en un amplio rango de temperaturas, también dan un balance entre fuerza adhesiva y cohesiva y, generalmente, disminuyen la viscosidad y aumentan las posibilidades de mezclado.

En la siguiente página se muestra un esquema del entrecruzamiento físico que se lleva a cabo en el polímero, en la figura No. 2:

Figura No. 2. Esquema del Entrecruzamiento Físico



1.3.3. Hojas Técnicas de Propiedades.

Los métodos con los que se obtuvieron las propiedades son los siguientes:

- La fuerza tensil, el módulo de elasticidad y la elongación, con el método ASTM D-412, con un tensiómetro a una velocidad de 10 in/min.
- La fuerza tensil se determinó sobre una película de hule tomada de una solución de tolueno.
- La viscosidad en una solución de tolueno al 25% en peso de polímero.

Tabla No. 1. Propiedades del Kraton GX 1657.

Propiedad	Valor
Fuerza Tensil, Psi.	3400
Módulo de Elasticidad, 300%, Psi.	350
Elongación, Por ciento.	750
Dureza, "Shore A".	65
Densidad Relativa.	0.90
Viscosidad de Brookfield, cps. a 77 °F.	4200
Índice de viscosidad, g./10min.	8
Plastificante, contenido de aceite, Por ciento en peso.	0
Cociente cantidad de Estireno/ cantidad de Hule.	13/87
Forma Física.	Pellet
Comentarios.	Dibloque 35%

1.4. Regalrez 1018 y 1085. ... (14)

1.4.1 Características.

Ambas son resinas de bajo peso molecular, producidas por polimerización e hidrogenación del monómero puro extraído de hidrocarburos. Tienen una elevada estabilidad hacia los rayos ultravioleta y una excelente resistencia a la decoloración a elevadas temperaturas.

Son compatibles con una gran variedad de aceites, ceras, alquitos, plásticos y elastómeros. La resina "Regalrez 1018" debe ser usada como un componente en un sistema de agentes pegajosos, en compañía de la resina 1085. Los adhesivos sensibles a la presión hechos con este par de resinas exhiben mayor pegajosidad, adhesión y fuerza cohesiva.

Gracias a su resistencia a los rayos ultravioleta y a la oxidación, la resina "Regalrez 1085", también puede ser usada como un agente pegajoso "Tackifier" en selladores "Hot Melt" para el aislado de ventanas en donde se necesite una buena resistencia a la humedad e inclemencias del medio ambiente.

1.4.2 Hojas Técnicas de las Resinas Hidrocarbonadas.

En la tabla No. 2 se muestran algunas propiedades de las resinas hidrocarbonadas utilizadas para las formulaciones.

Tabla No. 2.

Propiedad	Regalrez 1018	Regalrez 1085
Punto de Ablandamiento °C.	18	37
Forma Física.	Líquido Transparente	Cristal Blancuzco
Número de Acidez.	< 1	< 1
Número de Saponificación.	< 1	< 1
T. de Trascición Vítrea, °C.	- 22	32

Estas resinas son hechas en su mayoría a base de poliestireno.

1.4. Regalrez 1018 y 1085. ... (14)**1.4.1 Características.**

Ambas son resinas de bajo peso molecular, producidas por polimerización e hidrogenación del monómero puro extraído de hidrocarburos. Tienen una elevada estabilidad hacia los rayos ultravioleta y una excelente resistencia a la decoloración a elevadas temperaturas.

Son compatibles con una gran variedad de aceites, ceras, alquilos, plásticos y elastómeros. La resina "Regalrez 1018" debe ser usada como un componente en un sistema de agentes pegajosos, en compañía de la resina 1085. Los adhesivos sensibles a la presión hechos con este par de resinas exhiben mayor pegajosidad, adhesión y fuerza cohesiva.

Gracias a su resistencia a los rayos ultravioleta y a la oxidación, la resina "Regalrez 1085", también puede ser usada como un agente pegajoso "Tackifier" en selladores "Hot Melt" para el aislado de ventanas en donde se necesite una buena resistencia a la humedad e inclemencias del medio ambiente.

1.4.2 Hojas Técnicas de las Resinas Hidrocarbonadas.

En la tabla No. 2 se muestran algunas propiedades de las resinas hidrocarbonadas utilizadas para las formulaciones.

Tabla No. 2.

Propiedad	Regalrez 1018	Regalrez 1085
Punto de Ablandamiento °C.	18	37
Forma Física.	Líquido Transparente	Cristal Blancuzco
Número de Acidez.	< 1	< 1
Número de Saponificación.	< 1	< 1
T. de Trasción Vitrea, °C.	- 22	32

Estas resinas son hechas en su mayoría a base de poliestireno.

CONDICIONES DE MEZCLADO

1.4.3. Compatibilidad.

En la Tabla No. 3 se representa el grado de compatibilidad que tienen las resinas en cuestión con algunos hules comerciales:

Tabla No. 3.

Producto	Regalrez 1018	Regalrez 1085
Kraton Series G "SEBS"	Excelente	Excelente
Kraton 1107 "SIS"	Excelente	Excelente
Kraton 1101 "SBS"	Pobre	Pobre
Hule Natural	Excelente	Excelente
SBR 1011	Pobre	Pobre
Estireno y Copolímeros en Bloque	Pobre	Pobre
EVA Bajo contenido de acetato de vinilo	Excelente	Excelente
EVA Alto contenido de acetato de vinilo	Pobre	Pobre
Copolímeros de Etileno-Propileno	Excelente	Excelente
Terpolímeros de Etileno-Propileno-dieno	Excelente	Excelente
Cera Parafínica	Excelente	Excelente
Cera Microcristalina	Excelente	Excelente

CONDICIONES DE MEZCLADO

1.5. Formulaciones.

En la Tabla No. 4 se definen las cantidades de los componentes de cada formulación:

Tabla No. 4

Componente	Formulación 1 % en Peso	Formulación 2 % en Peso	Formulación 3 % en Peso	Formulación 4 % en Peso
Kraton GX 1657 (SEBS)	44.83	34.84	34.84	44.84
Regalrez 1085 Resina Sólida	54.72	19.87	38.33	24.22
Regalrez 1018 Resina Líquida	00.00	44.94	26.48	30.49
Irganox 1010 Antioxidante	00.45	00.35	00.35	00.45
Total (% en Peso)	100.00	100.00	100.00	100.00
% de Resina en la Formulación	55.00	65.00	65.00	55.00

2. Condiciones de Mezclado.

2.1. Introducción.

Para poder evaluar el desempeño de las formulaciones antes mencionadas, primero es necesario prepararlas a ciertas condiciones de mezclado, constantes para cada formulación, que serán necesarias para obtener resultados significativos en las diversas pruebas que se aplicarán. Para encontrar dichas condiciones se requiere identificar las variables que afectan al proceso. Una vez encontradas, se prosigue a manipularlas de tal manera, que se pueda llegar a una metodología para preparar una determinada cantidad de dichas formulaciones.

Las variables manipulables encontradas fueron:

- Temperatura de operación.
- Velocidad de las aspas de la mezcladora. (RPM).
- Orden en el que se agregan los componentes.
- Tiempo de mezclado.

Como se comprobará posteriormente para cada formulación, a condiciones de velocidad angular de las aspas y orden en que se agregan los componentes constantes; el tiempo de mezclado será inversamente proporcional a la temperatura.

CONDICIONES DE MEZCLADO

A continuación se describirán los experimentos realizados para cada una de las formulaciones, dando énfasis a la primera formulación, ya que ésta fue la base para determinar las condiciones de las otras 3.

3. Condiciones de Operación para la Formulación No. 1.

3.1. Cantidad preparada para los Experimentos.

En la Tabla No. 5 se muestran las cantidades en peso utilizadas para la formulación No. 1:

Tabla No. 5

Componente	Descripción	Peso en Gramos
KRATON G 1657	Hule (SEBS)	17.90
REGALREZ 1085	Resina Hidrocarbonada Sólida	22.00
IRGANOX 1010	Antioxidante	0.20
	Total=	40.10

3.2. Experimento No. 1.

3.2.1. Objetivos.

Establecer condiciones de procesado para 40.10 gramos de formulación No. 1.

3.2.2. Condiciones de Operación.

- Agregar la resina y el antioxidante a 90°C. y 50 RPM. Dejar mezclando 5 minutos.
- Subir la temperatura hasta 140°C. y agregar el hule a las mismas condiciones de velocidad de las aspas. Dejar mezclando 5 minutos más.
- Sacar el adhesivo y ponerlo sobre un molde de aluminio.

3.2.3. Problemas Durante la Operación.

La viscosidad de la mezcla dificulta mucho la limpieza de la máquina. El tiempo de enfriamiento es extremadamente rápido, lo que hace imposible ponerlo sobre un molde frío.

3.2.4. Resultados.

No se consiguió una buena mezcla, el material obtenido no fue homogéneo, pudiéndose ver dentro de la mezcla los pellets del hule todavía de forma bien definida. La mezcla fue semicristalina y quebradiza. Temperatura 140 °C., tiempo total 10 minutos.

3.2.5. Análisis de Resultados.

- Posiblemente el hule no es compatible con la resina.
- Las condiciones de operación no son las adecuadas.

3.3. Experimento No. 2.

3.3.1. *Objetivo.*

Plantear un caso extremo en las condiciones de operación con el fin de asegurarnos que el hule es compatible con la resina hidrocarbonada.

3.3.2. *Condiciones de Operación.*

- Fijar la temperatura de la mezcladora a 170 °C. Agregar la resina con el antioxidante y agitar a 60 RPM.
- Dejar mezclando por 10 minutos y posteriormente agregar el hule, dejando la mezcla durante otros 20 minutos.
- Recolectar el material en trozos sobre una placa de aluminio.

3.3.3. *Problemas en la operación.*

El material se adhiere a la mezcladora cuando baja su temperatura, lo que dificulta mucho la limpieza del aparato. También se adhiere al aluminio, haciendo muy difícil su recolección sin impurezas. Por último se observa un tiempo de enfriamiento muy corto.

3.3.4. *Resultados.*

Se obtuvo un material transparente, homogéneo y bastante pegajoso. Temperatura de mezclado = 170 °C. Tiempo total de mezclado = 30 minutos.

3.3.5. *Análisis de Resultados.*

- Se obtuvo un adhesivo sensible a la presión.
- Las condiciones de operación se pueden optimizar en tiempo o temperatura, lográndose así un ahorro de energía.

3.4. Experimento No. 3.

3.4.1. *Objetivo.*

Optimizar las condiciones de proceso incrementando la temperatura hasta obtener una a la cual se realice la mezcla.

3.4.2. *Condiciones de Operación.*

- Fijar la temperatura a 100 °C. y, posteriormente, agregar la resina y el antioxidante. Colocar la velocidad a 60 RPM. Dejar mezclando 10 min.
- Elevar a 140 °C. y agregar el hule. Dejar mezclando 10 min.
- Incrementar 10 °C la temperatura cada 10 minutos hasta que la mezcla se realice. Esto se verifica tomando pruebas de la mezcladora cada 8 minutos.
- Recolectar la mezcla en trozos en un recipiente de Teflón.

3.4.3. Resultados.

La mezcla se produjo hasta llegar a 170 °C. El tiempo total de mezclado fue de 65 minutos, se realizó cuando pasaban 5 minutos de estar a 170 °C. El recipiente de Teflón facilitó mucho la tarea de recolección, ya que el adhesivo no se adhiere a éste.

3.4.4. Análisis de Resultados.

- Debido a que cuando se llegó a 170 °C., únicamente se tardó 5 minutos en realizarse la mezcla, se podría concluir que existe una temperatura mínima de mezclado, a partir de la cuál, el tiempo se vuelve inversamente proporcional a la temperatura.
- Por observaciones realizadas, es mejor introducir primero el hule con el antioxidante y posteriormente la resina; ya que al entrar en contacto el hule en forma de pellets, con la resina en forma líquida, no existe suficiente esfuerzo sobre el hule para deshacer los pellets, debido a que la resina en forma líquida, funciona como una especie de lubricante, disminuyendo el esfuerzo de las aspas sobre los pellets y provocando que cueste más trabajo el mezclado.

3.5. Experimento No. 4.

3.5.1. Objetivo:

Encontrar la temperatura mínima de mezclado agregando primero el hule con el antioxidante y posteriormente la resina.

3.5.2. Condiciones de operación.

- Agregar el hule con el antioxidante a 140°C. Dejarlo ablandar durante 10 minutos a 60 RPM.
- Agregar la resina posteriormente y dejar la mezcla 15 minutos más.
- Recoger el adhesivo en un recipiente de Teflón.

3.5.3. Resultados.

No se realizó la mezcla. Material con las mismas características del experimento No.1. El tiempo total de mezclado fue de 35 minutos.

3.5.4. Análisis de Resultados.

- La temperatura de operación debe de ser más alta .
- El tiempo de mezclado debe de ser mayor a esta temperatura, si se llegara a realizar la mezcla.

3.6. Experimento No. 5.

3.6.1. Objetivo:

Encontrar la temperatura mínima de mezclado agregando primero el hule con el antioxidante y posteriormente la resina.

3.6.2. Condiciones de operación.

- Agregar el hule con el antioxidante a 155°C. Dejarlo ablandar durante 10 minutos a 60 RPM.
- Agregar la resina posteriormente y medir el tiempo necesario para que la mezcla se realice.
- Recoger el adhesivo en un recipiente de Teflón.

3.6.3. Problemas en la operación.

Al mezclarse los tres componentes bajó la temperatura hasta 150 °C. Al tratarse de corregir subió hasta 160 °C. donde permaneció constante.

3.6.4. Resultados.

Se realizó la mezcla 45 minutos después. El material posee propiedades adhesivas a temperatura ambiente.

3.6.5. Análisis de Resultados.

- Las mezclas para la misma cantidad de adhesivo, deberán realizarse a una temperatura mayor a 160 °C.
- Mientras mayor la temperatura, menor el tiempo de mezclado.

4. Tabla de Resultados:

4.1. Nomenclatura:

Con el fin de hacer un análisis sinóptico de los resultados de los experimentos, se presenta a continuación, una tabla de resultados que contendrá los siguientes puntos:

- *No. de Experimento:* Se refiere a cada uno de los experimentos realizados.
- *Orden de Mezclado:* El número 1 será el hule (SEBS); el 2 la resina hidrocarbonada y el tercero será el antioxidante. El primer renglón significará que se agregó primero, mientras que el segundo indicará que se agregó posteriormente.
- *Temperatura:* Será la temperatura a la cual se agregaron los componentes a la mezcla.
- *Tiempo:* Es el tiempo en el cual, una vez agregados los componentes, se dejan mezclando. El primer renglón indica que una vez agregados los componentes del renglón correspondiente, se dejan mezclar por ese tiempo. El segundo renglón muestra el tiempo de mezclado a partir de agregar los componentes del segundo renglón.
- *RPM:* Es la velocidad angular a la cual se mueven las aspas de la máquina. Está expresada en revoluciones por minuto.
- *Resultado:* En esta columna describe si la mezcla fue satisfactoria o no dependiendo de que si reúne o no las características propias de los adhesivos sensibles a la presión.

CONDICIONES DE MEZCLADO

Una vez realizado el análisis sinóptico se procederá a hacer un análisis global de éste y así poder indicar las condiciones de mezclado para la formulación No. 1.

4.2. Formulación:

Tabla No. 6:

Componente	Descripción	Peso en Gramos
KRATON G 1657	Hule (SEBS)	17.90
REGALREZ 1085	Resina Hidrocarbonada Sólida	22.00
IRGANOX 1010	Antioxidante	0.20
Total=		40.10

4.3. Condiciones de Mezclado:

Tabla No. 7

Experimento Número	Orden de Mezclado	Temperatura en °C.	Tiempo en Minutos	RPM de la Mezcladora	Resultado
1	2 y 3	90	5	50	Mal Mezclado
	1	140	5		
	Total=10				
2	2 y 3	110	10	60	Buen Mezclado
	1	170	20		
	Total=30				
3	2 y 3	100	10	60	Buen Mezclado
	1	140	20		
		170	30		
	Total=60				
4	1 y 3	140	10	60	Mal Mezclado
	2	140	25		
	Total=35				
5	1 y 3	155	10	60	Buen Mezclado
	2	150-159	45		
	Total=55				

CONDICIONES DE MEZCLADO

4.4. Análisis de Resultados:

- La temperatura mínima que se encontró para mezclar los componentes fue de 160 °C.
- A mayor temperatura de proceso, se obtiene un menor tiempo de mezclado, hasta un límite en el que el material se degrada.
- Se debe agregar el hule con el antioxidante primero para aumentar el esfuerzo de corte existente sobre éste, con el fin de que se muela y sea más fácil mezclarlo con la resina. El antioxidante se agrega al principio para proteger al hule evitando la posible oxidación del material.

4.5. Conclusiones para la formulación No. 1.

La forma de mezclado que se utilizará para hacer el adhesivo de la formulación No. 1 será la siguiente:

- Subir la temperatura de la mezcladora a 160 °C., colocar la máquina en su modalidad de 60 RPM y agregar el hule con el antioxidante. Dejar mezclar por 10 minutos.
- Agregar la resina y dejar mezclar.
- A partir de los 55 min. totales de mezclado, sacar una muestra de la mezcladora cada 2 minutos hasta que se pueda observar que la mezcla se ha realizado satisfactoriamente.
- Colocar la mezcla en un recipiente de Teflón hasta que solidifique y posteriormente guardarlo en bolsas de polietileno.

5. Condiciones de Operación para las Formulaciones 2, 3 y 4.

5.1. Cantidades Preparadas para los Experimentos.

Tabla No. 8

Componente	Formulación 2 (Gramos)	Formulación 3 (Gramos)	Formulación 4 (Gramos)
Kraton GX 1657 (SEBS)	13.90	13.90	17.90
Regalrez 1085 (Resina Sólida)	07.90	15.30	09.70
Regalrez 1018 (Resina Líquida)	17.90	10.60	12.20
Irganox 1010 (Antioxidante)	00.20	00.20	00.20
Total (gramos)	39.90	40.00	40.00

5.2. Experimento No. 1.

5.2.1. Objetivo.

Encontrar las condiciones de mezclado para las formulaciones 2, 3 y 4, mediante la experimentación con la formulación No. 2.

5.2.2. Condiciones de Operación.

- Fijar la temperatura de la mezcladora en 160 °C., así como las RPM a 60. Agregar el hule con el antioxidante y dejar mezclar por 10 min.
- Agregar la resina sólida e inmediatamente después agregar la resina líquida, introduciéndola hasta la cámara de mezclado con la ayuda de una espátula.
- Dejar mezclar el tiempo necesario para que se realice una buena mezcla.
- Recoger el material en un recipiente de Teflón.

5.2.3. Problemas en la Operación.

La resina líquida no se mezcló satisfactoriamente con los demás compuestos de la mezcla. La viscosidad de la resina líquida es muy baja a la temperatura de operación, por lo que se fuga de la mezcladora y debido a que su pegajosidad es muy alta, dificulta mucho el limpiado de la mezcladora.

5.2.4. Resultados.

No se obtuvo una mezcla satisfactoria, ya que el hule se quedó en forma de pellets y la resina líquida se encontró en la parte inferior de la mezcladora, separada de los demás componentes.

5.2.5. Análisis de Resultados.

- La resina líquida funcionó como un lubricante disminuyendo el esfuerzo cortante de la mezcladora, imposibilitando así la mezcla.

5.3. Experimento No. 2.

5.3.1. Objetivo.

Encontrar las condiciones de operación que permitan mezclar las formulaciones 2,3 y 4; mediante la experimentación con la formulación No.2, cambiando el orden en que se agreguen los componentes.

5.3.2. Condiciones de Operación.

- Fijar la temperatura de la mezcladora a 170 °C., agregar el hule con el antioxidante y agitar a 60 RPM.
- Mezclar por 10 minutos y agregar, posteriormente, la resina "Regalrez 1085" (Resina sólida).
- Dejar los componentes mezclándose el tiempo necesario, hasta que se obtenga una mezcla satisfactoria. Posteriormente agregar la resina líquida con la ayuda de una espátula.

CONDICIONES DE MEZCLADO

- Muestrear cada 5 minutos hasta que se obtenga un material homogéneo.
- Recoger el material con espátulas de bronce, recolectarlo en un recipiente de Teflón, y guardarlo en bolsas de polietileno.

5.3.3. Problemas en la Operación.

Es difícil agregar la resina líquida "Regalrez 1018", ya que es muy viscosa y pudiera ser necesario la asistencia de otra persona para introducirla sin la pérdida de material.

5.3.4. Resultados.

A las condiciones de mezclado se obtuvo un material homogéneo y pegajoso. Los resultados de los tiempos de mezclado aparecen posteriormente.

5.3.5. Análisis de Resultados.

- Primero se debe de mezclar el hule con el antioxidante y la resina sólida; hasta obtenerse una buena mezcla y, posteriormente, se debe combinar ésta con la resina líquida para poder obtener el adhesivo.
- Este experimento se puede extrapolar a las formulaciones 3 y 4 debido a que contienen los mismos componentes.

5.4. Resultados para las Formulaciones 2, 3 y 4.

Los resultados de la Tabla No. 9 fueron obtenidos siguiendo los pasos del experimento No. 2. Los tiempos reportados son a partir de que se agrega el componente del renglón anterior de la tabla.

Tabla No. 9

Componente	Formulación 2 Tiempo (min.)	Formulación 3 Tiempo (min.)	Formulación 4 Tiempo (min.)
Hule + Antioxidante	10	10	10
Resina Sólida "Regalrez 1085"	25	35	25
Resina Líquida "Regalrez 1018"	45	40	45
Tiempo Total de Mezclado (min.)	80	85	80

5.4.1. Análisis de los Resultados.

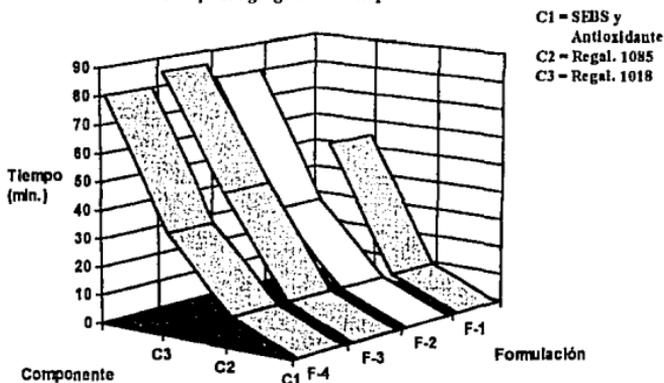
- Las formulaciones 2 y 4 tuvieron tiempos iguales de mezclado ya que las proporciones de resinas con respecto al hule son muy semejantes.
- La resina que más tarda en mezclarse es la líquida, ya que el esfuerzo cortante de la mezcladora, se ve disminuido por su baja viscosidad a la temperatura de mezclado.

5.5. Conclusiones Generales para las Formulaciones No. 2, 3 y 4.

La forma de mezclado recomendable para preparar los adhesivos con estas formulaciones es la siguiente:

- Ajustar la temperatura de la mezcladora a 160 °C., colocándola en su modalidad de agitación de 60 RPM. Agregar el hule con el antioxidante y mezclar por 10 minutos.
- Posteriormente agregar la Resina "Regalrez 1085". A partir de los 35 minutos totales de mezclado, muestrear cada 5 minutos hasta que se obtenga un material homogéneo.
- Una vez obtenido el material, agregar la resina hidrocarbonada "Regalrez 1018". Muestrear a partir de los 25 minutos de agregar esta resina, cada 5 minutos hasta obtener un material pegajoso y homogéneo.
- Sacar al material de la mezcladora con espátulas de bronce, colocarlo sobre un recipiente de teflón y guardarlo en bolsas de polietileno.

Figura No. 4
Tiempo de agregación de componentes



* Se recomienda agregarla con una espátula en cantidades pequeñas, y con la ayuda de alguna persona que pueda pesar el material, mientras el otro lo introduce en la mezcladora.

6. Microscopía Electrónica.

6.1. Introducción y Objetivos.

Este método sirve para analizar la distribución de los componentes en la mezcla. Especialmente es útil para determinar si los materiales de la mezcla son compatibles. Los objetivos propuestos son:

- Comprobar que los materiales se encuentran bien mezclados.
- Pronosticar el desempeño funcional del adhesivo.

6.2. Desarrollo Experimental.

Se tomaron fotografías de las mezclas sobre un sustrato, de acuerdo al método PSTC correspondiente (Apéndice A). Se aplicó ácido fosfotúngstico como medio contrastante.

6.3. Resultados y Conclusiones.

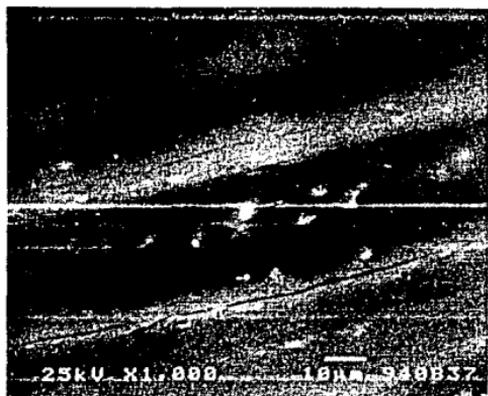
Con las fotografías anexas al final de este capítulo se puede observar lo siguiente:

- En las fotografías 1 y 2 correspondientes a la formulación 1 se observan problemas de mezclado. Se tienen fases brillantes que indican que un material se encuentra segregado. La conglomeración del material es en forma esférica y alrededor se tienen rasgaduras, las cuales fallarán, seguramente en forma cohesiva al aplicar un esfuerzo, ya que no existe la adecuada distribución de esfuerzos en la mezcla. Este comportamiento se debe posiblemente al exceso de resina sólida en la formulación, ya que se tiene un material muy rígido a temperatura ambiente. Las fotografías de la formulación 1 explican el comportamiento en la prueba de pelado en el capítulo V.
- Las fotografías 3 y 4 de la formulación 2, también muestra una fase segregada, pero esta vez en forma de láminas. Esto implica que el material segregado tiene mayor afinidad con la mezcla que en la formulación 1. Posiblemente se deba al exceso de resina líquida en la mezcla. Este comportamiento puede traer como consecuencia la disminución en las fuerzas de desgarre y pelado, ya que la fase segregada puede servir como lubricante entre el sustrato y el adhesivo. Las manchas negras que aparecen en las fotografías son hoyos causados por la mala aplicación del adhesivo al sustrato.
- Las formulaciones 3 y 4 (fotografías 5 y 6) son homogéneas, no tienen fases segregadas. Las resinas se encuentran en las proporciones adecuadas para que el material sea homogéneo.

CONDICIONES DE MEZCLADO

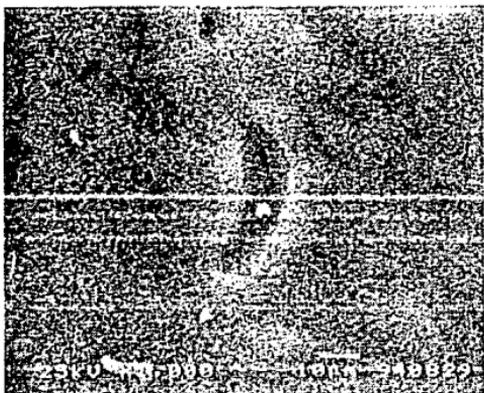
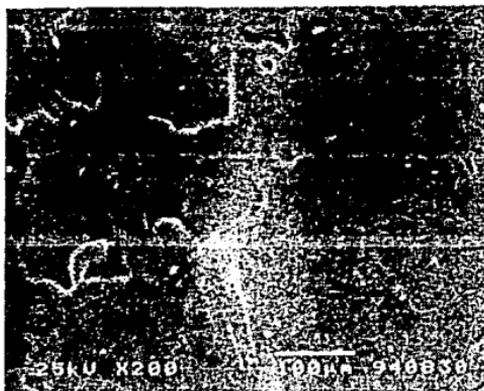
FOTOGRAFÍA # 1

Formulación # 1



FOTOGRAFÍA # 2

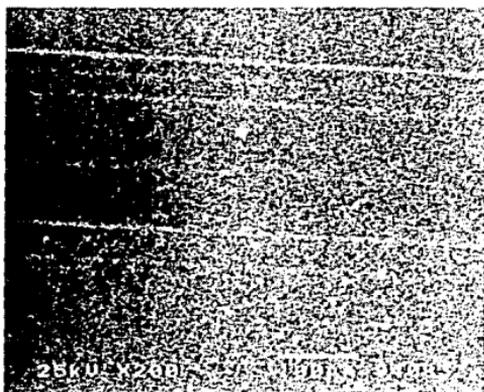
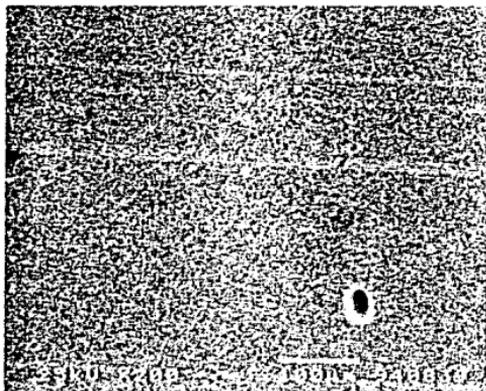
Formulación # 2



CONDICIONES DE MEZCLADO

FOTOGRAFÍA # 3

Formulación # 3



FOTOGRAFÍA # 4

Formulación # 4

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS TÉRMICO

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

1. Análisis Térmico. Barrido por Calorimetría Diferencial (DSC)...(15)

1.1. Introducción y Objetivos.

Este método sirve principalmente para conocer la Temperatura de Transición Vitrea (Tg.) de un material, en su estado de relajación. Este estudio es útil tanto para conocer el desempeño térmico de los adhesivos formulados y, posteriormente, para relacionarlo con sus propiedades dinámico mecánicas.

Los objetivos que se plantearon fueron los siguientes:

- Conocer las temperaturas de transición vitrea de los componentes del sistema y compararlas con las reportadas en las hojas de especificaciones.
- Obtener las Tg. para las cuatro formulaciones realizadas.
- Determinar como modifican, las diferentes proporciones de las resinas utilizadas, a la Tg. del hule.

1.2. Desarrollo Experimental y Condiciones de Operación.

Este tipo de análisis se realizó por el método DSC (Barrido por calorimetría diferencial). El equipo utilizado es de marca DuPont modelo DSC V4.OB, serie 2100.

Se corrieron dos muestras de 20 mg., tanto de los componentes individuales de las formulaciones, así como de las cuatro formulaciones. Las corridas se hicieron a panel abierto utilizando nitrógeno líquido como medio de enfriamiento.

Con el objeto de borrar la historia térmica de los materiales, las muestras se calentaron hasta 100 °C., y posteriormente se enfriaron súbitamente hasta - 100 °C., donde se empezaron las corridas a una velocidad de calentamiento de 10 °C./min. El intervalo de temperatura utilizado fué de -100 °C. hasta 200 °C.

1.3. Tabla de Resultados de Temperaturas de Transición Vitrea para los Componentes de las Formulaciones.

El criterio para obtener la temperatura de transición vitrea, de las gráficas que proporciona el equipo, fué el punto de inflexión del cambio de pendiente en la gráfica temperatura versus flujo de calor.

Los resultados obtenidos para los componentes de las mezclas se encuentran en la tabla No. 1:

ANÁLISIS TÉRMICO

Tabla No. 1

Componente	Intervalo del Cambio de Pendiente en °C.	Tg. en °C. (Obtenida DSC)	Tg. en °C. (Reportada)
Kraton GX 1657 (SEBS)	-62.90 a -39.92	- 56.47	- 55.00 (DSC)
Regalrez 1085 (Resina Sólida)	29.54 a 50.39	40.09	32.00 *
Regalrez 1018 (Resina Líquida)	-12.43 a 1.35	- 5.32	- 22.00 *

* Obtenidos por Correlación de Fox, no viene reportada la frecuencia a la que se realizaron.

1.3.1. Análisis de Resultados.

En la literatura se reporta una segunda temperatura de transición vítrea en el S-EB-S, correspondiente a los bloques de poli(estireno), a 100 °C. Ésta no fué captada por el equipo debido al bajo porcentaje de poli(estireno) en el material (13%).

La variación en la Tg. de la resina, entre la calculada y la reportada, se debe a que la última se obtuvo mediante la correlación de Fox, que según la literatura es la forma más correcta de hacerlo.

La correlación de Fox consiste en lo siguiente:

$$\frac{1}{T_g} = \frac{W_r}{T_{gr}} + \frac{W_h}{T_{gh}} \dots \text{Ec. No.1}$$

$$\frac{1}{T_g} = \frac{1}{T_{gr}} + \left(\frac{1}{T_{gh}} - \frac{1}{T_{gr}} \right) * W_h \dots \text{Ec. No.2}$$

W_r = Fracción peso de Resina. T_{gr} = Tg. de la Resina.

W_h = Fracción peso de Hule. T_{gh} = Tg. del Hule.

T_g = Tg. de la mezcla

Por lo tanto, si se mezcla a la resina con diferentes hules y con distintas concentraciones, se obtiene la figura No. 1:

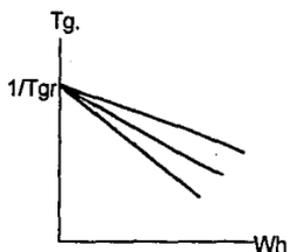


Fig. No. 1. Correlación de Fox

1.4. Resultados de las Temperaturas de Transición Vítrea de las Cuatro Formulaciones.

Los resultados para las cuatro formulaciones realizadas fueron los que se presentan en la tabla No. 2:

Tabla No.2

Componente	Formulación 1 % en Peso	Formulación 2 % en Peso	Formulación 3 % en Peso	Formulación 4 % en Peso
SEBS	44.83	34.84	34.84	44.84
Resina Sólida	54.72	19.87	38.33	24.22
Resina Líquida	00.00	44.94	26.48	30.49
Antioxidante	00.45	00.35	00.35	00.45
% de Resina en la Formulación	55.00	65.00	65.00	55.00
Cambio de Pendiente °C.	[-45 -12]	[-44 -18]	[-43 -9]	[-43 -26]
Tg. °C.	-31	-33	-28	-34

1.4.1. Análisis de la Tabla.

El efecto térmico de las resinas sobre el hule, es subir su temperatura de transición vítrea. A iguales niveles de resina, a mayor proporción de resina sólida, mayor será la Tg. de la mezcla.

También se observa que a mayor nivel de resina, mayor será el cambio en la Tg. de la mezcla, al aumentar la proporción de resina sólida.

En la figura No. 2 se puede observar gráficamente el efecto que tienen las diferentes cantidades de resina, sobre la Tg. de la mezcla.

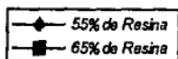
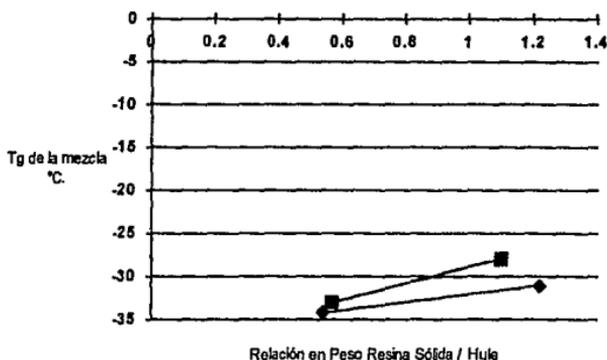
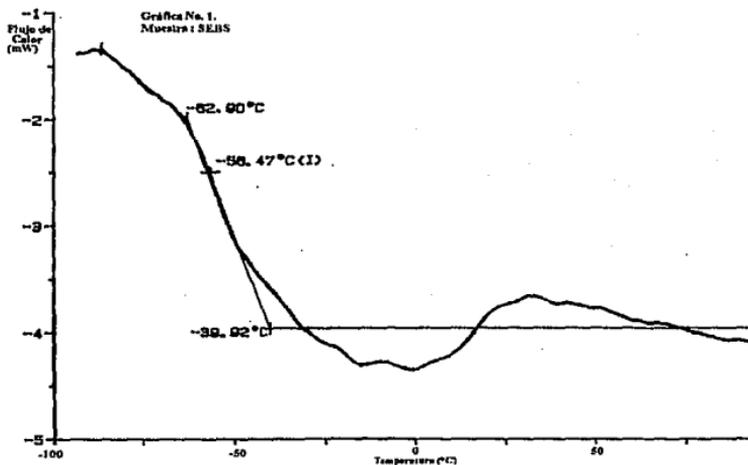


Figura No. 2
Efecto de la Resina Sólida sobre el Hule

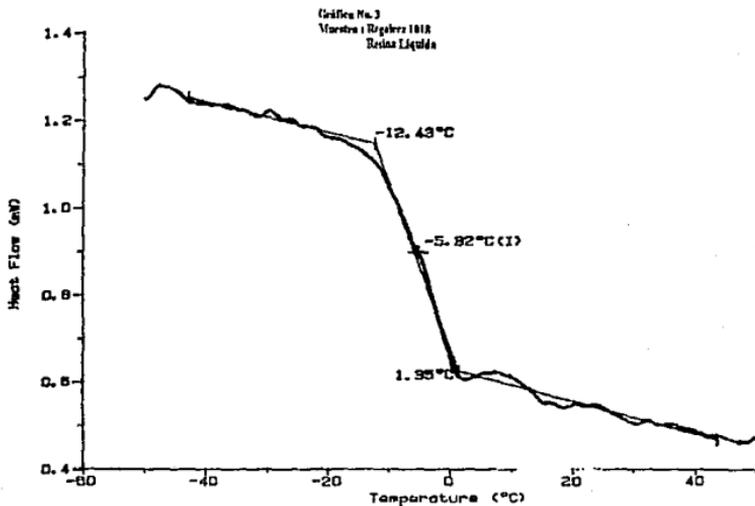
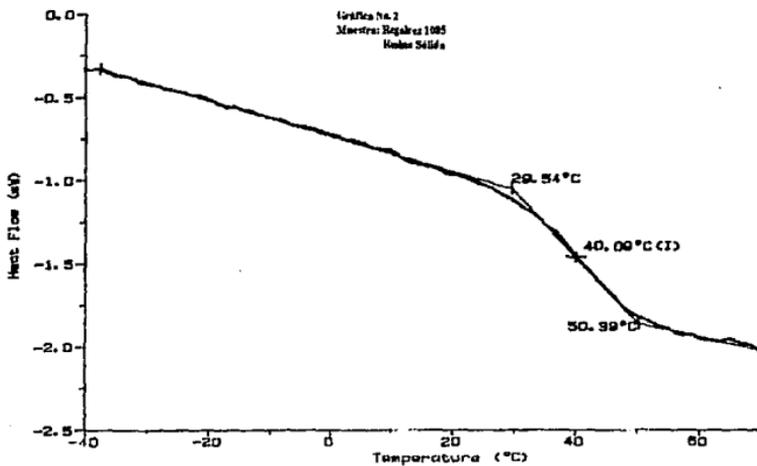


1.5. Análisis de las Gráficas de DSC de las Formulaciones y Componentes Puros.

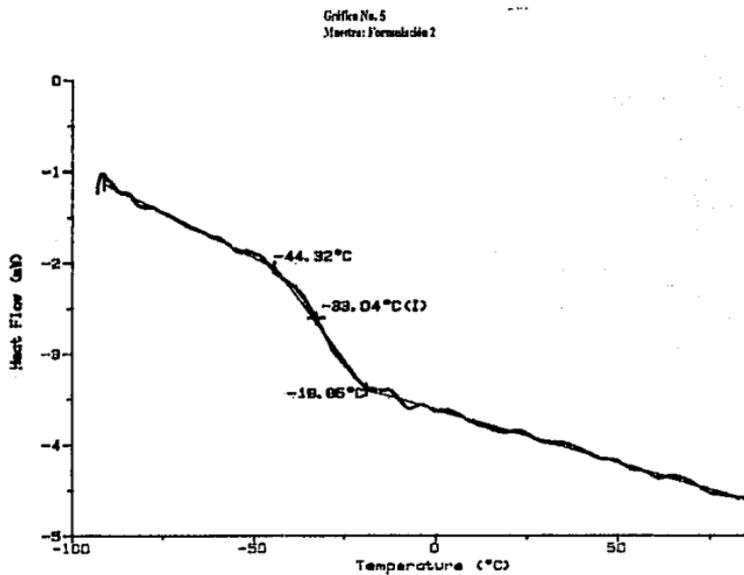
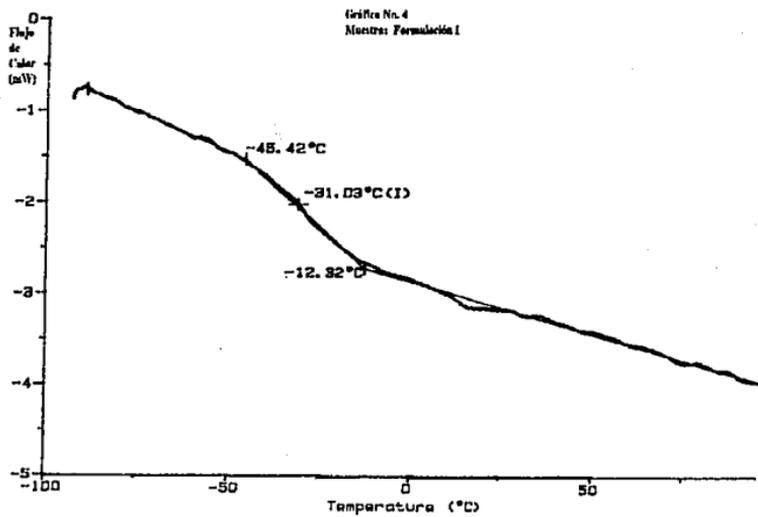
De las gráficas que a continuación se anexan, se puede afirmar, que los componentes de las mezclas son compatibles, ya que tienen una sola temperatura de transición vítrea. En el caso de que los componentes no fueran compatibles, existiría más de una Tg. de la mezcla, ya que aparecerían las temperaturas de transición de los componentes que no se lograron mezclar.



ANÁLISIS TÉRMICO

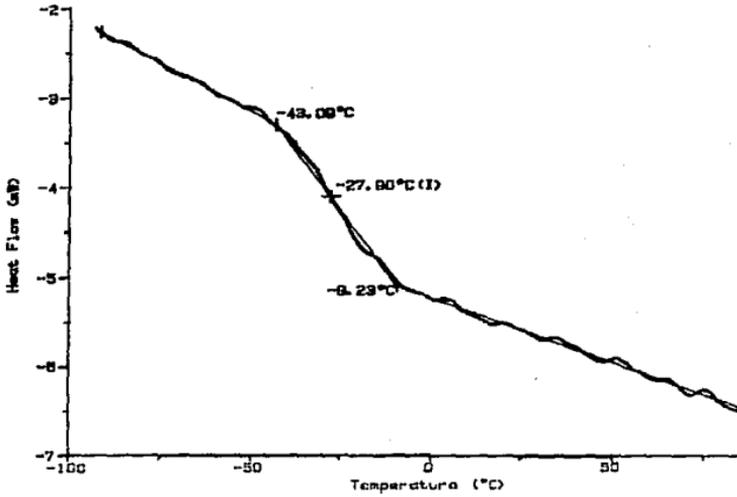


ANÁLISIS TÉRMICO

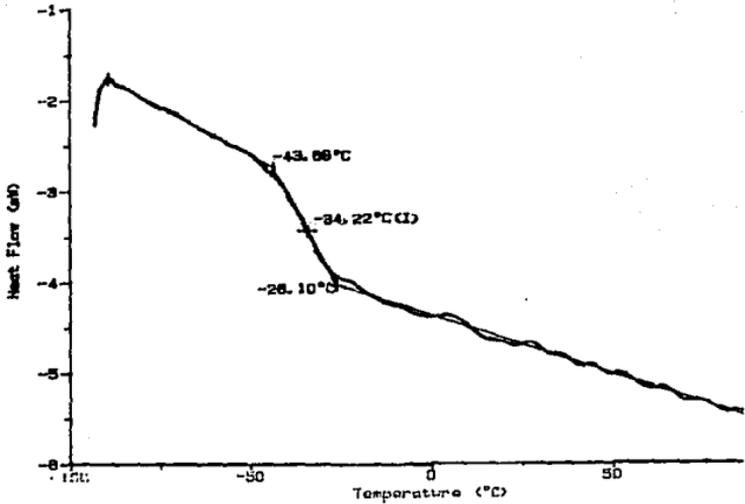


ANÁLISIS TÉRMICO

Gráfica No. 6
Muestra: Formulación 3



Gráfica No. 7
Muestra: Formulación 4



2. Análisis Termogravimétrico (TGA)...(15)

2.1. Introducción y Objetivos.

El análisis Termogravimétrico se utiliza principalmente para determinar la temperatura en que los componentes se degradan. También sirve para conocer las proporciones de los componentes que integran a la formulación.

Los objetivos que se establecieron son los siguientes:

- Conocer las Temperaturas de degradación para las cuatro formulaciones realizadas.
- Determinar los porcentajes reales que tienen las formulaciones, tanto de hule, como de cada una de las resinas que las integran.

2.2. Equipo Utilizado y Condiciones de Operación.

El equipo utilizado es de marca DuPont modelo General V4.1C de marca DuPont serie 2100.

Se corrió una muestra de aproximadamente 20 mg., de cada una de las cuatro formulaciones realizadas. El intervalo de temperatura de operación fué de 0 °C hasta la temperatura en la cual quedara aproximadamente 1% en peso de la muestra. Las pruebas se realizaron bajo una atmósfera inerte de Nitrógeno y a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

El criterio para determinar la temperatura de degradación del material fué la evaporación de un 1% de la mezcla.

2.3. Tabla de Resultados de Temperaturas de Descomposición de las Formulaciones Realizadas.

Los resultados obtenidos se encuentran tabulados en la Tabla No. 3.

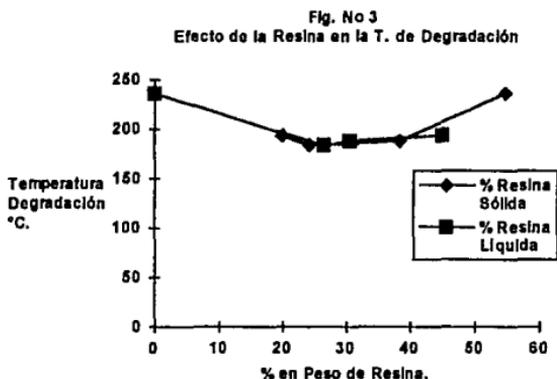
Tabla No. 3

Componente	Formulación 1 % en Peso	Formulación 2 % en Peso	Formulación 3 % en Peso	Formulación 4 % en Peso
SEBS	44.83	34.84	34.84	44.84
Resina Sólida	54.72	19.87	38.33	24.22
Resina Líquida	00.00	44.94	26.48	30.49
Antioxidante	00.45	00.35	00.35	00.45
% de Resina en la Formulación	55.00	65.00	65.00	55.00
Temp. Inicial de Degrad. °C	235.94	193.66	183.46	187.61
Temp. final °C	511.42	491.13	480.94	499.63

2.4. Análisis de Resultados.

- Existe un mínimo en la temperatura de degradación, representado en la Figura # 3, el cual se ve influenciado por el nivel de resina.
- La temperatura de degradación se mantiene arriba de la temperatura de mezclado, por lo que se asume que no hubo degradación térmica durante el mezclado.
- De acuerdo a las gráficas que se anexan a continuación (Gráficas del 1 al 4), no es posible determinar los porcentajes de los componentes. Esto sucede debido a que cuando un componente todavía no termina de degradarse, otro empieza, obteniéndose así una línea continua.

En la figura No. 3 se aprecia el efecto de la proporción de las resinas, sobre la temperatura de degradación de la mezcla:



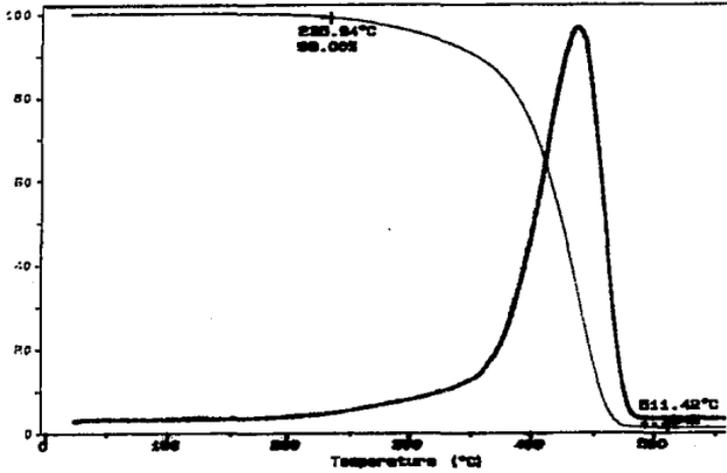
En la siguiente página se anexan las gráficas de temperaturas de degradación*:

3. Conclusiones Generales del Análisis Térmico.

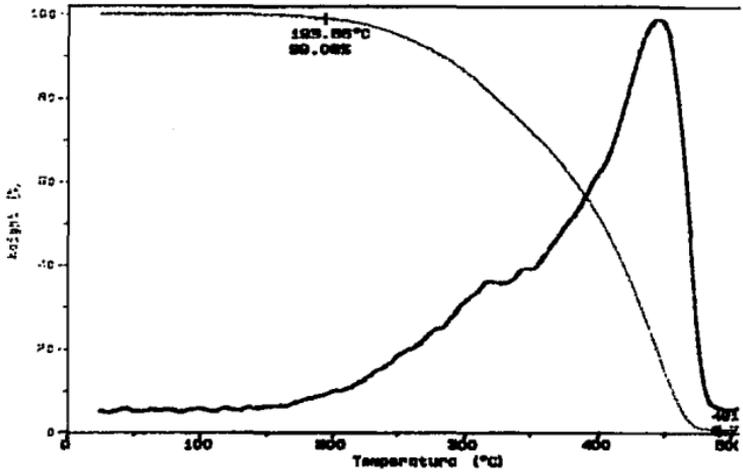
- La función de las resinas es elevar la Tg. del hule, dando como resultado un material con mayor capacidad de fluir sobre la superficie del sustrato. La resina sólida tiene mayor efecto sobre la Tg. que la líquida.
- Las mezclas obtenidas tienen una sola Tg, lo que comprueba que los componentes son compatibles.
- La proporción de resina sólida y líquida en la formulación, afectará tanto la Tg. de la formulación, como la temperatura de descomposición.
- Las temperaturas de descomposición son mayores que las de mezclado, lo que indica que no hubo degradación en la mezcladora.
- No fue posible obtener la composición real del sistema, por lo que se trabajará con los porcentajes teóricos propuestos para las formulaciones.

* La curva en forma de campana de las gráficas es la derivada de la función % vs. T.

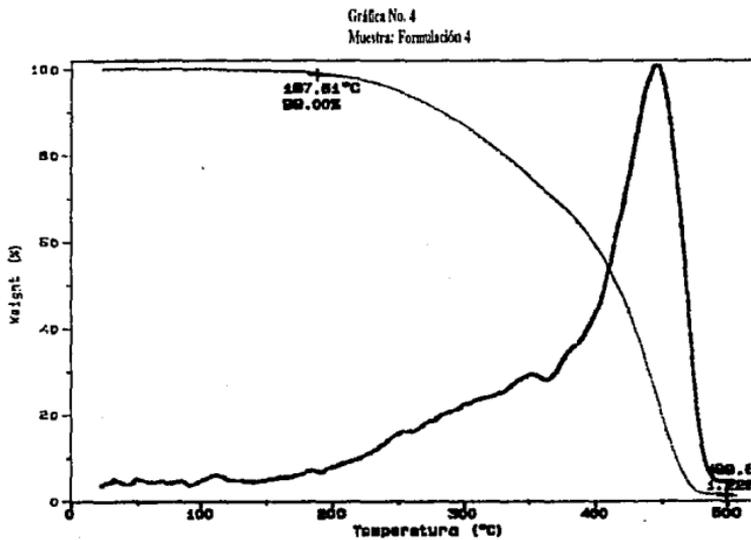
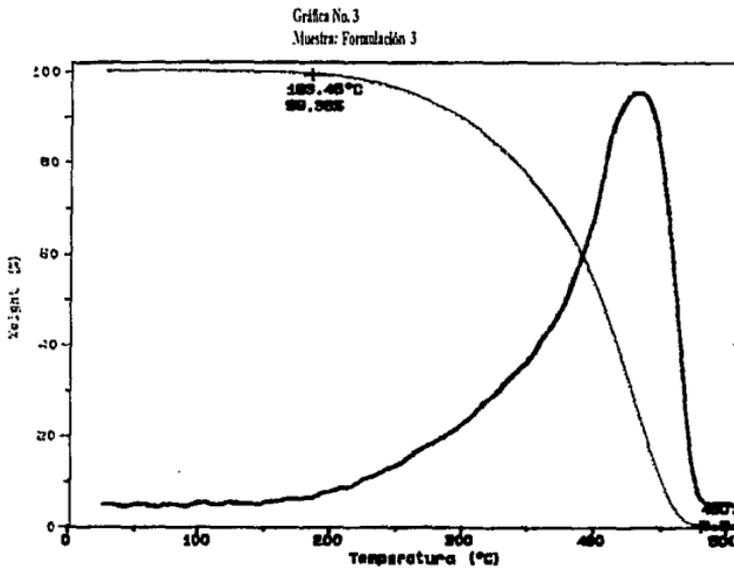
Gráfica No. 1
Muestra: Formulación 1



Gráfica No. 2
Muestra: Formulación 2



ANÁLISIS TÉRMICO



CAPÍTULO V

ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOPUSIBLES BASE SEBS

1. Análisis Dinámico Mecánico.

1.1. Introducción y Objetivos.

Con este método es posible obtener los módulos de desgarre y las temperaturas de transición vítrea a una determinada frecuencia. El módulo de almacenamiento, G' , nos proporciona información sobre la capacidad de flujo de las formulaciones y está relacionado con la energía utilizada para deformar al material elásticamente. El módulo de pérdida de energía, G'' , nos da una idea de la energía que se utiliza para el movimiento de las cadenas poliméricas y está relacionado con la flexibilidad del material. El cociente de G''/G' es lo que se conoce como Tangente Delta.

Mediante este tipo de estudio, es posible pronosticar el desempeño de los adhesivos en las pruebas de funcionalidad, así como la compatibilidad de sus componentes. Los objetivos propuestos para esta sección son los siguientes:

- Determinar las temperaturas de transición vítrea a la frecuencia de 1 Hz. para el hule y las formulaciones.
- Obtener los módulos de desgarre en función de la temperatura.
- Relacionar los módulos de almacenamiento con las pruebas de funcionalidad.
- Observar como afectan los diferentes tipos de resina en el módulo de desgarre del hule.
- Comprobar la compatibilidad de los componentes.

1.2. Desarrollo Experimental.

El análisis se llevó a cabo en un equipo marca DuPont, modelo V4.2C. Las probetas se hicieron mediante la inyección del material fundido en un molde de aluminio, con medidas de 27.5 mm por 12 mm. y 1.7 mm. de espesor. Se corrieron únicamente las formulaciones 1, 2 y 4 por problemas técnicos. El análisis del hule fué obtenido de la bibliografía (10). Se espera que el comportamiento de la formulación 3 se pueda predecir con los resultados de las otras formulaciones.

Las muestras se corrieron una sola vez desde -80 °C. hasta el límite en que el equipo diera lectura. La frecuencia utilizada fué de 1 Hz. Se utilizó como medio de enfriamiento nitrógeno líquido (proporcionado por el Instituto de Investigación en materiales de la U.N.A.M.). La velocidad de calentamiento utilizada fué de 3 °C./min.

1.3. Tabla de Resultados Obtenidas del Análisis Dinámico Mecánico.

En la tabla No. 1 se indican los resultados del equipo. Se reportan los módulos G' a 20 °C., las temperaturas de transición vítrea a 1 Hz. tomadas como el máximo en la función Tangente Delta y los máximos en los módulos de pérdida, G'' .

Se incluyen también los pronósticos de comportamiento para la formulación 3, los cuales aparecerán entre paréntesis. Las gráficas obtenidas del equipo se encuentran en las gráficas 1, 2, 3 y 4. En las gráficas 5 y 6 se pueden observar las funciones de módulo de almacenamiento, G' , y $\tan \delta$, sobre todo el intervalo de temperaturas utilizado.

ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO

Tabla No. 1.

Componente	Form. 1 % en Peso	Form. 2 % en Peso	Form. 3 % en Peso	Form. 4 % en Peso	SEBS % en Peso
SEBS	44.83	34.84	34.84	44.84	100.00
Resina Sólida	54.72	19.87	38.33	24.22	00.00
Resina Líquida	00.00	44.94	26.48	30.49	00.00
Antioxidante	00.45	00.35	00.35	00.45	00.00
% de Resina en la Formulación	55.00	65.00	65.00	55.00	00.00
Resina L./Hule	0.00	1.28	0.76	0.67	0.00
R. Sólida/Hule	1.22	0.57	1.10	0.54	0.00
Log G' (Pa) a 20 °C.	6.540	5.805	(6.43)	5.742	7.0
Max. Log G'' (Pa)	8.113	8.271	(8.25)	8.238	8.037
Tg. °C. (1 Hz.) Max. Tan δ	18.00	-2.00	(15)	-6.00	-45.00

Las interpolaciones para la formulación 3 se sacaron de la gráfica # 7.

1.4. Análisis de Resultados.

La función principal de las resinas en este tipo de formulaciones es disminuir el módulo del hule, haciéndolo capaz de fluir sobre las superficies de los sustratos. Al mismo tiempo aumentan la temperatura de transición vítrea del hule.

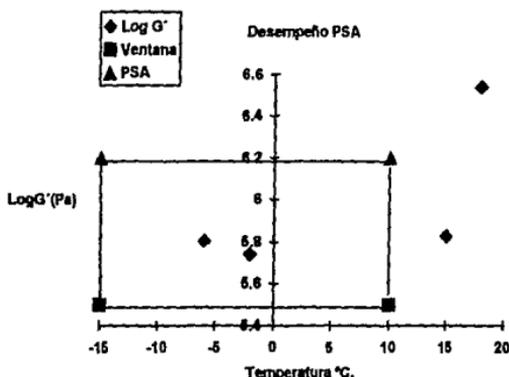
La temperatura de transición vítrea aumenta con la proporción de resina sólida, como se puede observar en las gráficas 5 y 7. Al aumentar la Tg. de la mezcla, aumenta también el módulo, disminuyendo la capacidad de flujo y aumentando la fuerza de "pcel" y desgarrar. Si la Tg. de la mezcla sobrepasa la temperatura ambiente, se tendrá un material con un módulo muy alto, incapaz de mojar a la superficie.

Al tener temperaturas de transición relativamente bajas, el módulo descenderá gradualmente, aumentando la fuerza de "tack" del adhesivo. Este proceso puede seguir hasta que el módulo sea tan bajo, que el material pierda su fuerza de cohesión y no pueda mantener las superficies unidas.

En la literatura (10) se encontró que un adhesivo sensible a la presión debe de caer en el intervalo de log G' de 5.5 a 6.2, para tener un buen desempeño como cinta adhesiva; y de 5.2 a 5.8 para poder aplicarse como etiqueta. Ambos deben de caer en un intervalo de Tg. de -10 a 15 °C. para aplicaciones a temperatura ambiente.

En la figura # 1 se muestra el desempeño de las formulaciones.

Figura # 1.



La formulación 2 y 4 se pueden aplicar como cintas adhesivas o como etiquetas, ya que cumple con la ventana de los PSA. La formulación 1 tiene un módulo muy alto como para tener buenas propiedades de mojado. Con respecto a la formulación 3 se observa que, aunque no se encuentre en la ventana de buenas propiedades sensibles a la presión, se podría utilizar como cinta adhesiva por los valores de pelado exhibidos en las pruebas de funcionalidad (Capítulo 6). Esto implica que quizá las proyecciones de módulo y T_g realizadas, no sean correctas.

El módulo de pérdida nos indica la cantidad de energía que se consume por el movimiento de las cadenas poliméricas, dentro de la mezcla. Aumenta al aumentar la proporción de resina líquida, haciendo al material más flexible. La formulación 2 es la que tiene mayor módulo de pérdida, lo que indica mayor deslizamiento en sus cadenas. Por otra parte, en el capítulo 2, se tiene una fotografía en la cual se observa que no toda la resina se alcanzó a mezclar con el hule, por lo que se deduce que tiene un exceso de resina líquida, lo que disminuye su fuerza de cohesión, provocando una disminución en su fuerza de pelado.

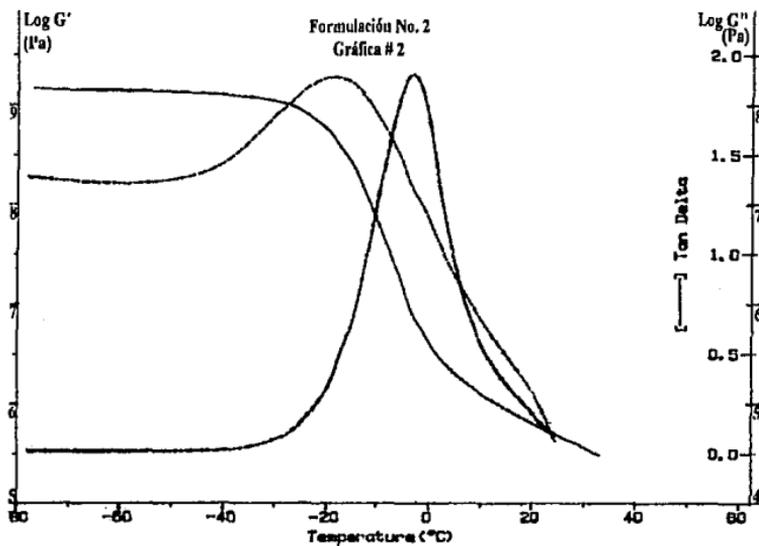
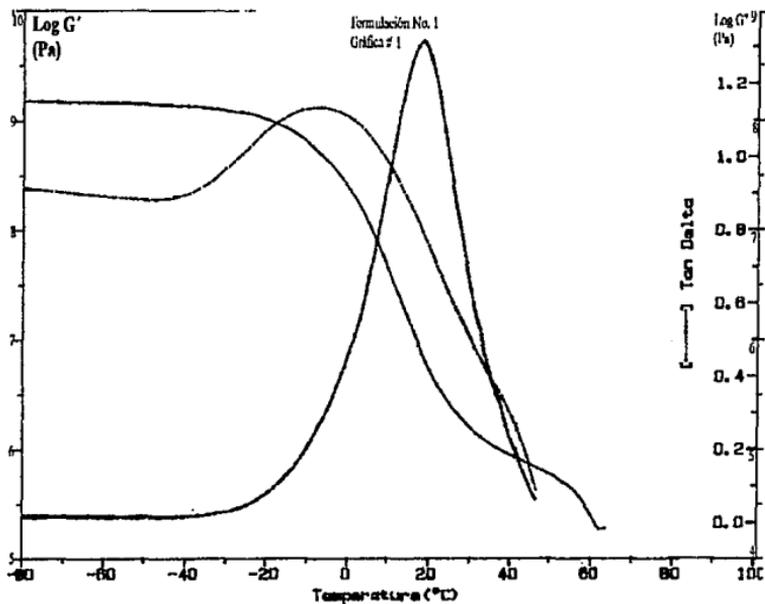
De las gráficas 1, 2, 3 y 4 se comprueba la compatibilidad de los componentes. Si existiera algún material que no fuera compatible, habría otro máximo en la función $\tan \delta$. Debería de existir otro máximo aproximadamente a 100 °C., el cual correspondería a la T_g de los bloques de poliestireno. Sin embargo, por su bajo porcentaje en el compuesto (menos de 13%), es difícil detectarlo.

1.5. Conclusiones Generales del Análisis Dinámico Mecánico.

- Los materiales de las formulaciones muestran compatibilidad entre si.
- El efecto de las resinas es bajar el módulo del hule y subir su temperatura de transición vítrea, haciéndolo capaz de fluir sobre los sustratos.
- A mayor proporción de resina sólida, se incrementará la fuerza de pelado y desgarre, siempre y cuando el adhesivo no se aleje mucho de la ventana de buen desempeño sensible a la presión (Tg. vs. G').
- La resina sólida es la que mayor efecto tiene sobre la Tg. de la mezcla. Se debe de tener cuidado de no aumentar mucho la Tg. del material, ya que se podría obtener una sustancia incapaz de fluir.
- La resina líquida tiene su mayor efecto sobre el módulo, haciendo que descienda, aumentando así la pegajosidad del adhesivo.
- El análisis dinámico mecánico, es el que mayor información proporciona sobre el desempeño funcional de los adhesivos.

Varias de las conclusiones fueron realizadas a partir de la comparación del desempeño funcional del adhesivo (Capítulo VI) y los resultados del análisis dinámico mecánico.

ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO



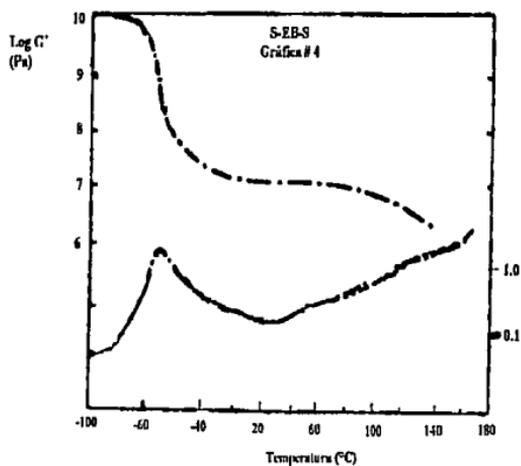
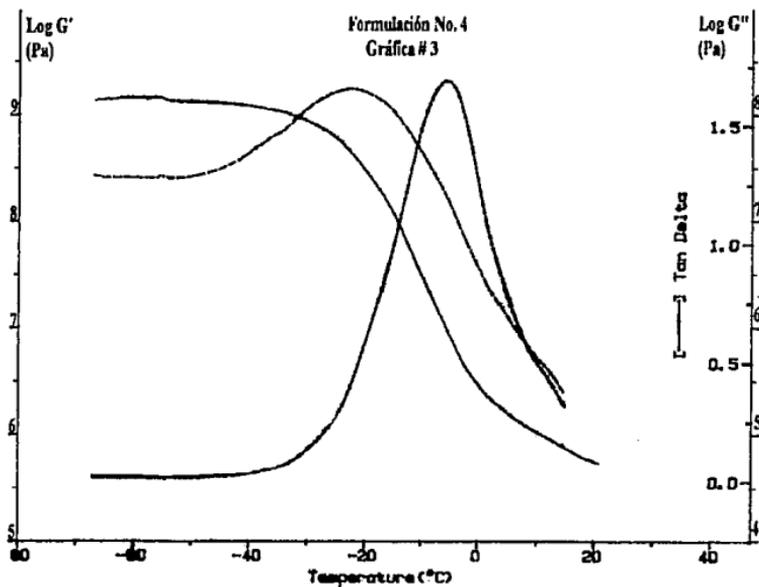
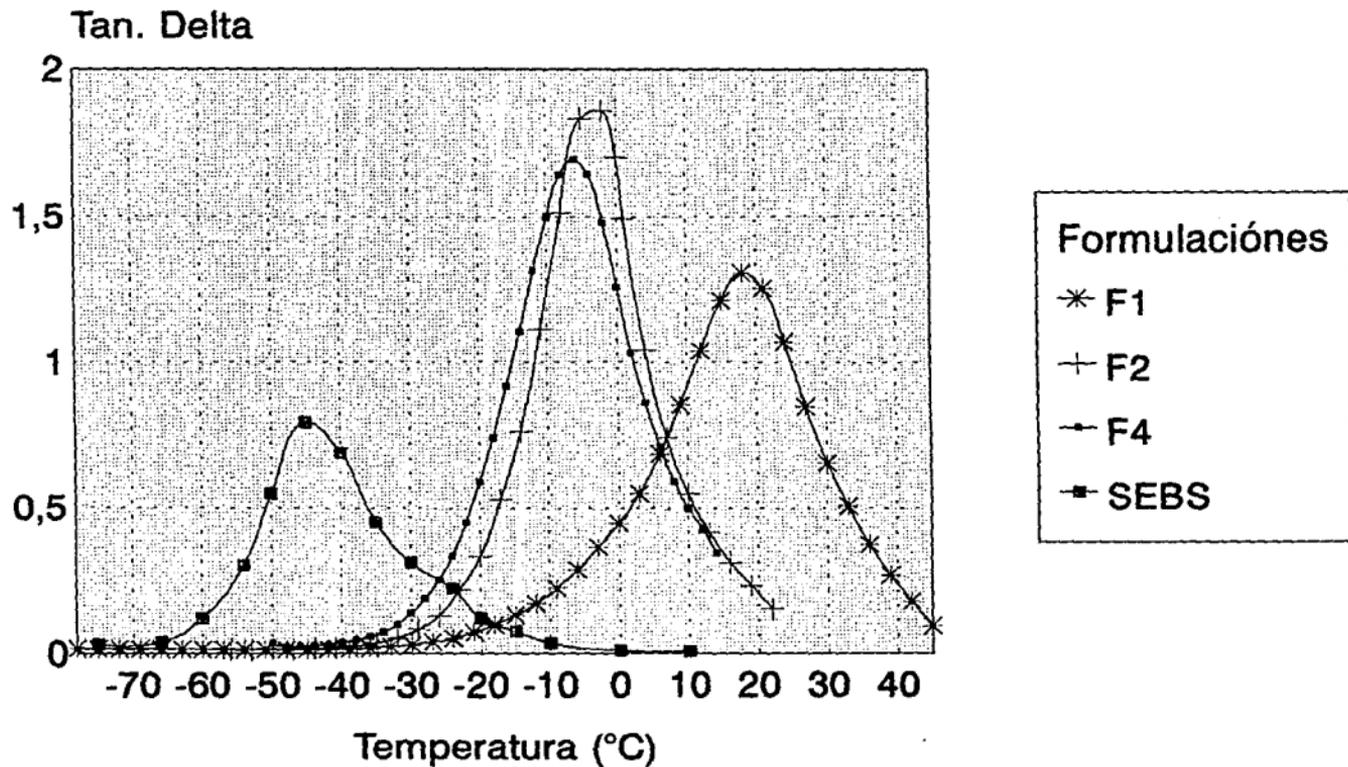


FIGURE 12. Dynamic mechanical properties of Kraton samples.

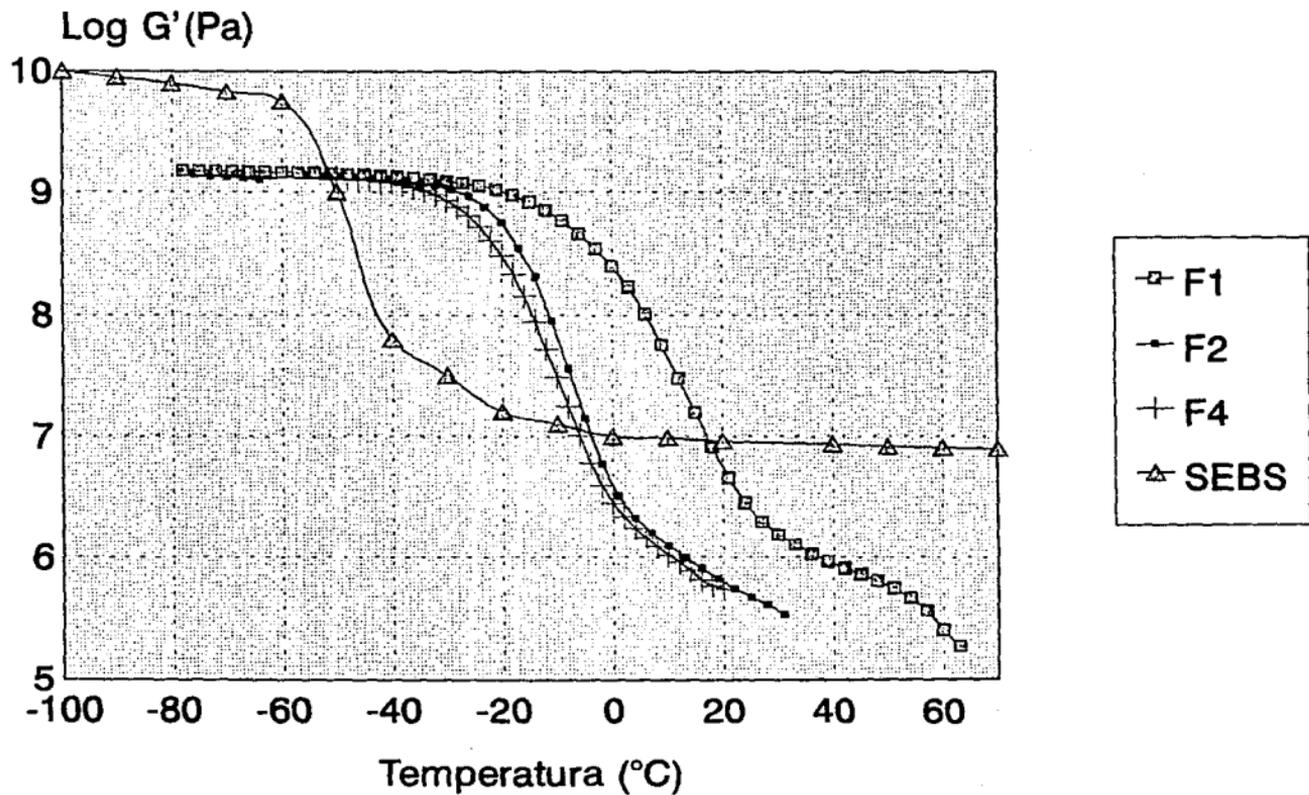
Efecto de las Resinas sobre Tan. Delta

Gráfica # 5



Efecto de las Resinas en el Módulo de Desgarre

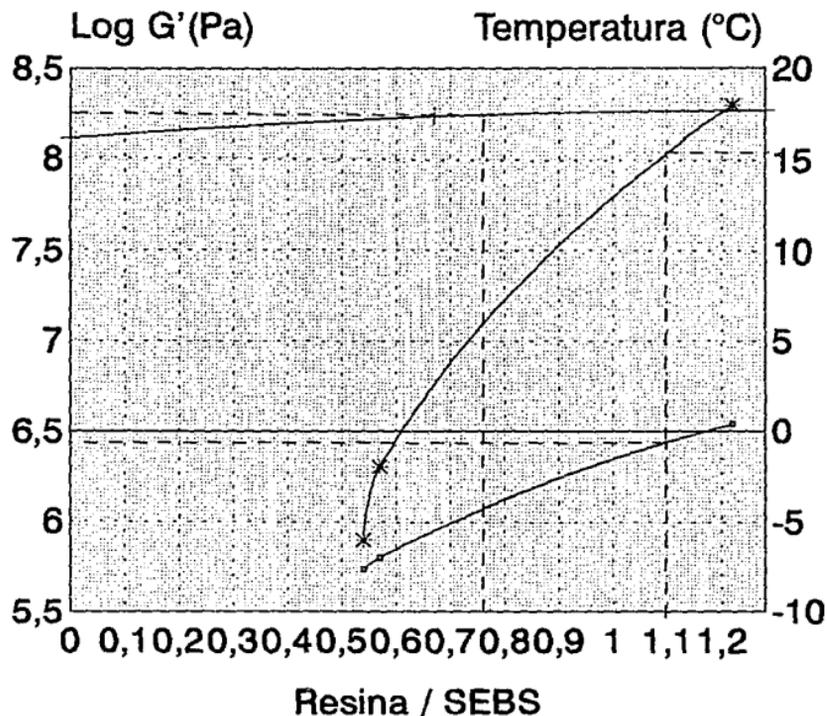
Gráfica # 6



Efecto de la Proporción de Resinas en el Módulo y la Tg.

Interpolación para la Obtención de Datos de F3.

Gráfica # 7



(#) = Módulo (*) = Tg.

CAPÍTULO VI

ANÁLISIS DE FUNCIONALIDAD

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

1. Análisis de Funcionalidad....(16), (17)

1.1. Introducción.

Se hicieron tres pruebas de funcionalidad con el fin de determinar el esfuerzo que se debe de aplicar para romper el enlace adhesivo, cuando éste se aplica en diferentes direcciones. Las pruebas fueron de pelado (peel), la cual se realizó mediante el procedimiento No. A-010 del Consejo de Cintas Adhesivas Sensibles a la Presión (PSTA); medición de propiedades pegajosas con una probeta en forma de anillo (loop tack), realizada de acuerdo al procedimiento No. A-013 del mismo organismo y la de desgarre (shear), con el procedimiento A-015.

Las pruebas de pelado y "loop tack" se realizaron en un tensiómetro Instron, modelo 1160, proporcionado por el Instituto de Investigación de Materiales de la UNAM. Las pruebas de desgarre se hicieron en el Centro de Investigación y Desarrollo de I.R.S.A, con el equipo especificado por el procedimiento.

1.2. Objetivos:

- Determinar como afectan las diferentes proporciones de los componentes de las formulaciones en las pruebas de funcionalidad.

1.3. Desarrollo Experimental y Condiciones de Operación.

El trabajo experimental para la sección de las pruebas de funcionalidad se divide en:

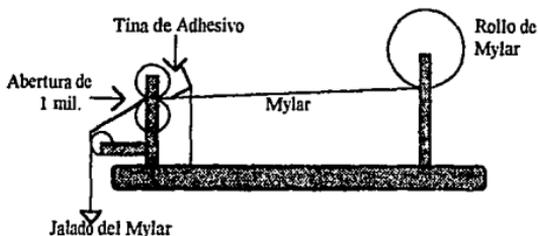
1.3.1. Aplicación del Adhesivo:

Esta parte se realizó en base al método A-005 del "PSTC" descrito en el apéndice A. Debido a que no se cuenta con el equipo descrito para el método, se tuvieron que hacer las siguientes modificaciones:

- Se realizó una solución al 55% en peso del adhesivo en tolueno, con el fin de que llenara los requisitos de viscosidad del equipo utilizado. No se filtró ni se centrifugó, ya que no presentaba impurezas visibles.
- El aparato utilizado fue un recubridor de laboratorio modelo LC-100, el cual no cuenta con motor para jalar la muestra, bomba de vacío ni navaja aplicadora. El aparato se ajustó a 1 mil y se jaló el Mylar* manualmente hasta obtener la cantidad deseada de recubrimiento. La abertura se ajustó a una milésima de pulgada ya que a estas condiciones el adhesivo no escurría sobre el Mylar. Se recubrió con papel encerado. Por la resistencia del material a la oxidación, no fue necesario aplicar vacío. En la figura No. 1 se esquematiza el equipo utilizado.

* Material registrado por DuPont, hecho de poliéster de espesor de una milésima de in.

Figura No. 1
Equipo Aplicador de Recubrimientos de Adhesivos

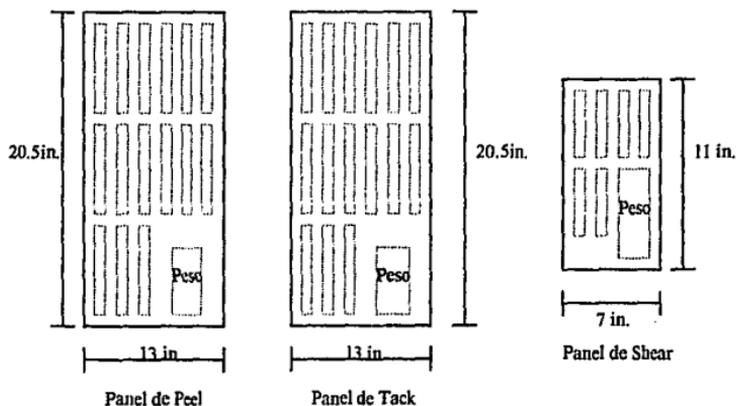


1.3.2. Geometría del Panel de Prueba.

Las medidas de las probetas para realizar las diferentes pruebas de funcionalidad, se encuentran definidas en el procedimiento No. A-0.008. Sin embargo, debido a las características del equipo utilizado, fué necesario cambiar las dimensiones de los paneles de prueba.

En lugar de utilizar paneles de 12 por 7 in., se hicieron paneles individuales para cada prueba de funcionalidad, con las medidas mostradas en la figura No. 2:

Figura No. 2
Geometría de los Paneles de Prueba



1.3.3. Espesor de la Capa Adhesiva.

Ésta se realizó de acuerdo al procedimiento A-007 del "PSTC" que se encuentra en el Apéndice A.

1.3.4. Pruebas de Funcionalidad.

Se hicieron de acuerdo a los procedimientos A-010.0, A-0.013 y A-015 del "PSTC" que se encuentran en el apéndice A, con excepción de la presión aplicada para formar el enlace.

1.4. Resultados Estadísticos para la Prueba de Espesor de la Capa Adhesiva.

Los espesores fueron sacados con la fórmula del procedimiento A-007 del "PSTC".

Prueba	Espesor F1, mil.	Espesor F2, mil.	Espesor F3, mil.	Espesor F4, mil.	Promedio	Desv. Estándar
Pelado	0.196	0.199	0.156	0.149	.175	0.0261
"Tack"	0.149	0.191	0.141	0.146	.156	0.0230
Desgarre	0.144	0.175	0.136	0.136	.147	0.0185

1.4.1. Análisis de Resultados.

Debido a las características del equipo, no fué posible hacer una capa adhesiva de 1 mil., pero para fines comparativos, el espesor de la capa es bastante parecido para cada prueba en las cuatro formulaciones; lo que hace posible comparar la funcionalidad de los adhesivos con su composición.

1.5. Resultados Estadísticos de la Prueba de Pelado "Peel".

Se realizaron doce pruebas para cada formulación, eliminándose el valor máximo y el mínimo. La presión aplicada fué de 1 Kg/cm², durante un minuto en una prensa hidráulica.

Número de Probeta	Formulación 1 Peel g/in ²	Formulación 2 Peel g/in ²	Formulación 3 Peel g/in ²	Formulación 4 Peel g/in ²
1	430	370	630	470
2	200	390	605	445
3	310	400	610	460
4	280	430	570	500
5	350	450	570	490
6	360	430	Falla técnica	490
7	200	450	Falla técnica	520
8	300	380	680	540
9	300	390	715	falla técnica
10	300	390	635	550
11	300	400	590	490
12	470	400	540	490
Promedio	290	406	611.25	494.44
Desv. Estándar	53.33	22.70	36.91	24.03
Valor Máximo	360	450	680	540
Valor Mínimo	200	380	570	460

• Todas las fallas fueron adhesivas.

ANÁLISIS DE FUNCIONALIDAD

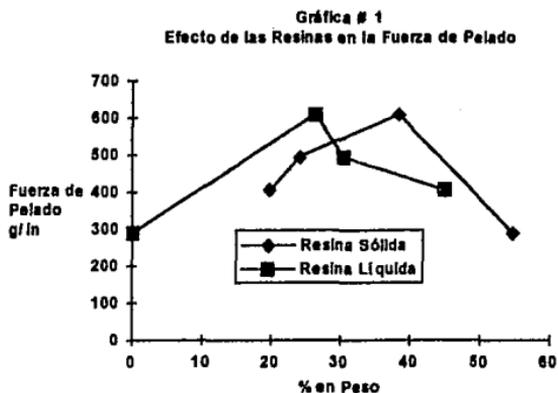
- El adhesivo presentó pliegues en el Mylar después de realizada la prueba. Fue difícil sacar el promedio de fuerza de pelado, ya que se obtuvieron lecturas en toda la escala de fuerza del equipo.

1.5.1. Análisis de Resultados de la Prueba de Pelado.

La fuerza de pelado en estos adhesivos, aumenta con la concentración de resina sólida en la formulación. Sin embargo ésta tiene un máximo que representa el punto en que el adhesivo pierde sus propiedades de flujo, debido a la gran cantidad de resina sólida, la cual afecta en la consistencia del material, haciéndolo más duro y limitando su capacidad de fluir sobre las superficies.

La resina líquida también registra un máximo, pero a menor % en peso que la sólida; lo que representa que se tendrá mejor fuerza de pelado, a menor proporción de resina líquida.

En la Gráfica No. 1 se esquematiza el efecto de la resina sólida sobre la fuerza de pelado del adhesivo.



Los pliegues registrados en la formulación No. 1 se deben a que el material tiene una Tg. muy alta, lo que hace difícil que pueda fluir sobre la superficie, dando lugar a la acumulación del material en las zonas de mayor esfuerzo. Esta característica hace que la medición de la fuerza aplicada no sea constante, dando como resultado un gran error al sacar el promedio.

1.6. Resultados Estadísticos de la Prueba de Pegajosidad "Loop Tack".

La presión aplicada fué de 1 Kg/in², durante un minuto en una prensa hidráulica.

Número de Probeta	Formulación 1 Tack gramos/in	Formulación 2 Tack gramos/in	Formulación 3 Tack gramos/in	Formulación 4 Tack gramos/in
1	Falla técnica	55	4.4	74
2	Falla técnica	62	10.4	66
3	Falla técnica	58	10.6	48
4	No detectó	60	13.6	56
5	1.40	69	8.6	70
6	1.20	55	14.6	36
7	1.35	87	14.8	34
8	1.35	44	27.5	63
9	1.35	64	7.49	60
10	0.60	70	11.0	42
11	3.75	66	19.2	64
12	0.50	70	14.2	56
Promedio	1.43	69.20	12.45	56.1
Desv. Estándar	1.00	5.83	3.48	10.97
Valor Máximo	3.75	87	27.5	74
Valor Mínimo	0.50	44	4.40	34

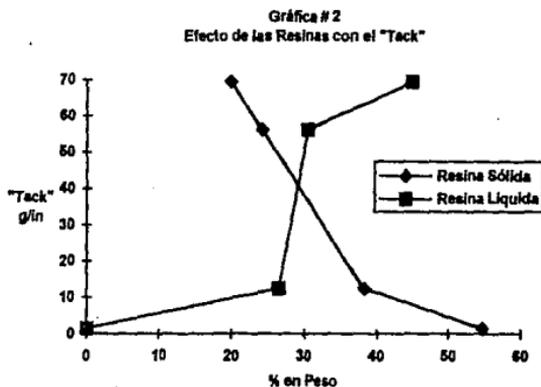
- Todas las fallas fueron adhesivas.

1.6.1. Análisis de Resultados de la Prueba de "Loop Tack".

Se observa que el Tack aumenta en la medida en que la resina líquida aumenta; esto se debe a que el adhesivo tiene mayor capacidad de flujo. En la Gráfica 2 se observa que la adhesividad instantánea tiene un gran incremento entre el 25 y 30 % en peso y posteriormente sigue aumentando mas discretamente. Esto se debe a que cuando está en exceso, ya no se mezcla por completo, formando una segunda fase y el valor de "Tack" tiende a ser el de la resina líquida.

En la resina sólida, la función es lineal con pendiente negativa, lo que significa que a mayor cantidad de resina líquida, menor capacidad de flujo y menor fuerza de "tack". A proporciones muy grandes de resina sólida, la adhesividad instantánea registrada es tan pequeña, que causa errores estadísticos muy grandes en los datos capturados.

En la Gráfica No. 2 se puede observar el comportamiento de la adhesividad instantánea en comparación con la cantidad de ambas resinas.



1.7. Resultados Estadísticos de la Prueba de Desgarre, "Shear".

La presión aplicada fué pasando dos veces un rodillo de 1 Kg. por la probeta. Cada probeta se sometió a un peso de 1 Kg. El área fué de 0.5 in * 0.5 in.

Número de Probeta	Formulación 1 Tiempo	Formulación 2 Tiempo	Formulación 3 Tiempo	Formulación 4 Tiempo
1	> 100 horas	11 min.	20 min.	271 min.
2	> 100 horas	13 min.	23 min.	285 min.
3	> 100 horas	8 min.	26 min.	300 min.
Promedio	> 100 horas	10.66 min	23 min.	285 min
Desv. Estándar		2.51 min	3 min.	14.5 min.

- El tipo de falla fué adhesiva.

1.7.1. Análisis de Resultados de la Prueba de Desgarre.

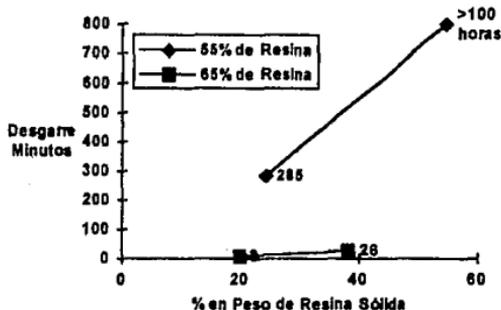
A mayor cantidad de resina sólida, a niveles iguales de resina, el adhesivo tiene menor capacidad de fluir, por lo que es más difícil que falle por desgarre, ya que no se resbala en el sustrato.

Por el otro lado, si se aumenta la cantidad de resina líquida, mayor capacidad de flujo se tiene, limitando así la permanencia en el sustrato por mucho tiempo.

La cantidad total de resina determina la magnitud de la fuerza de desgarre; a mayor cantidad de resina, menor la fuerza de desgarre.

En la gráfica No. 3 se puede observar este comportamiento.

Gráfica # 3
Efecto de las Resinas en el Desgarre



1.8. Conclusiones Generales del Análisis de Funcionalidad.

- El desempeño en pruebas de pelado, tiende a incrementarse al aumentar la cantidad de resina sólida en la formulación. Sin embargo se tiene un límite, en donde el adhesivo pierde sus propiedades de flujo, haciéndolo incapaz de tener una buena adherencia hacia la superficie. Se recomiendan cantidades discretas de resina líquida, para promover la capacidad de fluir sobre el sustrato.
- En pruebas de adhesividad instantánea (Tack), el desempeño se basa en la cantidad de resina líquida. A mayor cantidad, mayor será la capacidad de flujo, aumentando el "Tack". Sin embargo, en el momento en que la mezcla se satura, esta propiedad ya no se incrementará significativamente.
- Al someter estos adhesivos a pruebas de desgarre, se tiene mejor adhesividad, entre menor sea la capacidad de fluir del adhesivo. Esto sucede al disminuir la cantidad total de resina en la muestra. A un mismo nivel de resina, será mayor la fuerza de desgarre entre mayor sea la proporción de resina sólida, ya que disminuye la capacidad de fluir del material y por consiguiente no se resbala sobre el sustrato.
- La falla para todas las formulaciones fué adhesiva, sin dejar rastro de adhesivo sobre la superficie de prueba, por lo que cumple con un requisito indispensable de los adhesivos sensibles a la presión.

CAPÍTULO VII

CONCLUSIONES GENERALES

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

1. Conclusiones Generales.

- Para formular un adhesivo sensible a la presión base hule, es necesario mezclar el hule con resinas pegajosas (tackifiers), en proporciones adecuadas.
- Para poder realizar una formulación de un adhesivo sensible a la presión, es indispensable que los componentes sean compatibles entre si y que se mezclen correctamente, por lo que es necesario encontrar la temperatura, tiempo y secuencia de mezclado en los que se pueda obtener una mezcla homogénea de los materiales.
- El efecto de las resinas pegajosas (tackifiers) compatibles con la fase del hule del polímero, es aumentar la capacidad de flujo del hule sobre las superficies. Ésta está relacionada tanto con la temperatura de transición vítrea, "Tg.", del material, como con su módulo. A mayor módulo, menor capacidad de fluir. La temperatura de transición vítrea debe ser menor a la temperatura de aplicación, para evitar que se pierda la capacidad de flujo a esta temperatura.
- Al aumentar la cantidad de una resina pegajosa con Tg. relativamente alta (mayor que la temperatura ambiente), se tiene una pérdida en la capacidad de flujo del adhesivo.
- Si se aumenta la cantidad de una resina con Tg. debajo de la temperatura ambiente, aumentará la capacidad de flujo.
- Entre mayor sea la capacidad de flujo, aumentará la adhesión instantánea (tack); pero se tendrá una disminución en el desempeño en las pruebas de pelado y desgarre y viceversa. Esto es válido siempre que la Tg. de la formulación se encuentre debajo de la temperatura ambiente, ya que al sobrepasar ésta se obtiene un material incapaz de formar enlaces adhesivos.
- Es posible predecir el desempeño funcional del adhesivo con los análisis térmicos o dinámico mecánicos, ya que tanto la Tg. como el módulo son indicadores de la capacidad de mojado.
- Teniéndose presente la aplicación final del adhesivo y encontrándose el balance adecuado de sus componentes, se podrán desarrollar adhesivos termofusibles sensibles a la presión adecuados a las necesidades para las que fueron desarrollados, mediante la maximización de una función objetivo basada en un desarrollo experimental que tome en cuenta las tendencias encontradas en este estudio.
- Es importante la continuación del desarrollo de este tipo de adhesivos por razones ecológicas y para preservar la salud de los usuarios.

CAPÍTULO VIII

BIBLIOGRAFÍA

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

1. FICHAS BIBLIOGRÁFICAS.

- (1).- Ken Booth, Industrial Packing Adhesives, Blackie and Son LTd, 1990, pp 44-58.
- (2).- Charles V. Cagle, Handbook of adhesive bonding, McGraw Hill, Chapter 8.
- (3).- Ken Booth, Industrial Packing Adhesives, Blackie and Son LTd, 1990, pp 10-19, 94-110
- (4).- The Freedonia Group, Cleveland (1990), Hot Melt Adhesives, Business Research Report B 149.
- (5).- Irving Skeist, Handbook of adhesives, Second Edition, Van Nostrand Reinhold.
- (6).- Bruce W. Toig and Dr. Paul A. Mancinelli, Elastomerics, Selecting styrenic block copolymers for a variety of adhesive applications, October 1990.
- (7).- Rubber Chemical Technology, Rubber - styrene block copolymers in adhesives, D.J. St. Clair, U55, 121.
- (8).- Journal of Applied Polymer Science, Mechanism for the action of tackifying resins in Pressure Sensitive Adhesives, M. Sheriff and R.W. Knibbs, vol 17, pp. 3423-3438.
- (9).- R.M. Krawiec, Hercules Technical Support, Practical Applications of Rheology in Resin Modified Adhesive Systems.
- (10).- Sung Gun Chu, Adhesive Bonding, Dynamic Mechanical Properties of Pressure Sensitive Adhesives, Plenum Publishing Corporation, 1991.
- (11).- J.B.Class and S.G.Chu, Journal of Applied Polmer Science, 30, 815, 1985.
- (12).- Shell Chemical Company, Kraton series technical report.
- (13).- N.R. Legge, G. Holden, Thermoplastic Elastomers, Hanser Publications, Capitulo 12.
- (14).- Hercules Incorporated Resin Group, Medium to high softening point resins technical data.
- (15).- Hobart H. Williard, Lynne L. Merrit, Instrumental Methods of Analysis, 7th ed., Wadsworth publications, pp 722-766.
- (16).- DuPont, Mylar export product information.
- (17).- Gelva, Standard Test Procedures for Pressure Sensitive Adhesives.

APÉNDICE A

PROCEDIMIENTOS PSTC

TESIS DE LICENCIATURA

FORMULACIÓN DE ADHESIVOS
TERMOFUSIBLES BASE SEBS

MÉTODO PARA LA APLICACIÓN DEL ADHESIVO A LOS PÁNELES DE PRUEBA.

"Pressure sensitive tape council", procedimiento No. A-005, 14 de Enero de 1987.

Objetivo.

Aplicar una capa de adhesivo de 1 +/- 0.1 mil. entre Mylar de 1 mil. y papel encerado, previamente cortados a unas dimensiones establecidas.

Productos.

Adhesivos sensibles a la presión.

Equipo y Materiales.

- Adhesivo a probar.
- Aparato de laminado con vacío semiautomático.
- Navajas de acero.
- Mylar de 1.0 mil.
- Papel encerado.
- Rodillo para hacer láminas.
- Horno con aire caliente circulando a 90 °C.
- Cuarto con temperatura de 22 +/- 1 °C. y humedad relativa de 50 +/- 5 %.
- Acetona, grado analítico.
- Isopropanol, grado analítico.
- "Q-tips".
- Filtro de Nylon de 100 mesh.

Procedimiento.

Filtrar o centrifugar el adhesivo, si es necesario, para asegurarse de que no haya impurezas en éste. Hacerlo con el filtro de nylon.

Conectar el vacío al aparato de laminado y colocar una lámina de Mylar de 7 por 12 in. en la dirección de la máquina. Alinearla al aparato.

Posteriormente deslizar el Mylar dentro del aparato, asegurándose antes de que no haya defectos en su superficie; tales como polvo, aire o pliegues. Se recomienda usar los "Q-tips" para este propósito.

Colocar la navaja apropiada dentro del aparato, y revisar que la muestra de adhesivo esté correctamente mezclada para asegurar la uniformidad.

Vaciar cuidadosamente el adhesivo en una pequeña tina colocada antes de la navaja, tratando de que el adhesivo no entre en contacto con la navaja.

Rápidamente ajustar el aparato y activar el motor.

APLICACIÓN DEL ADHESIVO

Una vez de que el aparato funcione por un espacio de 15 minutos, apagar el aparato y remover cuidadosamente la navaja, cuidando que no se caiga el adhesivo dentro de la máquina.

Lavar, inmediatamente después la navaja, quitando todos los residuos de adhesivo. No se debe de usar ningún solvente corrosivo en las navajas.

Al terminar de lavar las navajas, apagar el sistema de vacío y , cuidadosamente, levantar la lámina de Mylar del aparato, con la superficie que contiene al adhesivo volteando hacia arriba.

Meter el Mylar con la capa de adhesivo al horno durante 5 minutos. Posteriormente sacarlo y dejarlo enfriar a temperatura ambiente durante otros cinco minutos. Al término de este periodo, colocar el papel encerado arriba de la capa de adhesivo, tratando de no dejar aire encerrado entre las superficies.

Introducir el panel en el rodillo automático para eliminar cualquier defecto de la capa o bolsas de aire atrapadas. Tratar de que no se transfiera adhesivo al rodillo, de ser así limpiarlo con los solventes y los "Q-tips".

Si la capa de adhesivo se ve correctamente formada, proseguir a determinar el peso de la capa de adhesivo y, posteriormente, a cortar los especímenes de prueba.

El tiempo necesario para el laminado debe de ser reducido al mínimo posible. Al acondicionar el panel, la superficie donde se encuentra el papel encerado debe estar viendo hacia arriba. Nunca se debe de poner un panel sobre otro, ni deben de entrar en contacto con las paredes del horno.

Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas , solventes y calor, mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.

Posibles fuentes de error.

- La muestra no fue filtrada o mezclada adecuadamente.
- El Mylar no fue introducido a la máquina como se indicó.
- La navaja no estaba limpia.
- El rodillo estaba sucio.
- Demasiado, o muy poca muestra vaciada enfrente de la navaja.
- La muestra se regó a los lados de la navaja.

MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DEL ESPESOR DE LA CAPA ADHESIVA.

1986. "Pressure sensitive tape council", Procedimiento No. A-007, 22 de Diciembre de

Objetivo.

Determinar el espesor de la capa adhesiva en un adhesivo sensitivo a la presión.

Productos.

Todos los adhesivos sensibles a la presión.

Equipo y Material.

- Láminas de Mylar sin adhesivo.
- Láminas de Mylar con adhesivo preparadas de acuerdo a la norma PSTC A-005.
- Navaja para cortar.
- Balanza analítica con precisión de 4 dígitos.

Procedimiento.

Preparar una lámina de Mylar con adhesivo de acuerdo a la norma PSTC A-005.

Con una navaja cortar probetas de Mylar sin adhesivo, con una geometría determinada por la norma PSTC A-008. Un número significativo de éstas, podría ser 20 por cada 500 hojas de Mylar.

Pesar las 20 piezas y registrar el dato con 4 decimales. Posteriormente, dividir el peso total entre 20 para obtener el peso individual de las probetas.

Cortar, con la misma geometría de las piezas sin adhesivo, una pieza del panel de Mylar con la capa adhesiva. Remover el papel encerado y pesarla con 4 decimales de exactitud.

Calcular el espesor de la capa de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Espesor} = \frac{[(W2 - W1) / A]}{2.69} * 1000$$
$$2.69 = \rho \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} * 2.54 \frac{\text{cm}}{\text{in}}$$

W1 = Peso del Mylar sin adhesivo W2 = Peso del Mylar con adhesivo..

W2 = Peso del Mylar con adhesivo. 1 mil = 0.001 in.

A = Área de la probeta a pesar. 2.69 = Factor de conversión peso-espesor.

El espesor está dado en milésimas de pulgada.

La densidad del adhesivo se asume que sea de 1.059 g/cm³.

Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas, solventes y calor; mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.

Posibles fuentes de Error.

- Peso promedio de las láminas sin adhesivo sacado incorrectamente.
- Muestreo no significativo estadísticamente.
- Área incorrecta o en unidades inconsistentes.
- Lámina con adhesivo cortada incorrectamente.
- Aplicación no uniforme del adhesivo.

MÉTODO PARA EL ESTABLECIMIENTO DE LA GEOMETRÍA DEL PANEL DE PRUEBA.

"Pressure Sensitive Tape Council", Procedimiento No. A-0.008, 23 de Febrero de 1987.

Objetivos.

Preparar paneles de una geometría estándar, reproducibles, de los cuales se puedan sacar probetas para todas las pruebas necesarias para la funcionalidad de un adhesivo sensible a la presión.

Productos.

Todos los adhesivos sensibles a la presión.

Equipo y materiales.

- Instrumentos para cortar.
- Lámina de Mylar preparada con el adhesivo.

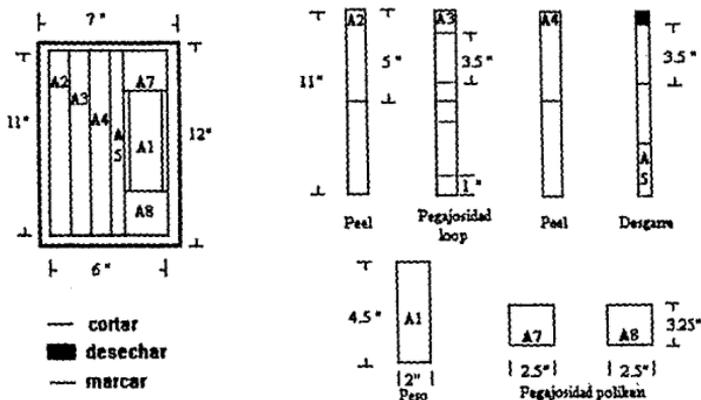
Procedimiento.

Preparar una lámina de 12 por 7 in. mediante el método de preparación del panel de prueba, con la respectiva norma del PSTC.

Después de preparar el panel cortar, con una navaja bien limpia, los extremos para que al final quede una pieza de 11 por 6 in. Remover cantidades proporcionales de material en todos los extremos.

Determinar el espesor del adhesivo con la norma correspondiente y si éste entra dentro de los límites admisibles proseguir. En caso contrario el panel deberá ser descartado.

Una vez determinado el espesor, revisar que no se tengan defectos como burbujas de aire o pliegues y proseguir a marcar y cortar las probetas de la siguiente manera:



GEOMETRÍA DEL PANEL

Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas , solventes y calor; mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.

Posibles fuentes de error.

- Bolsas de aire, pliegues o contaminación en el adhesivo.
- Mal cortadas las probetas o mal etiquetadas.

**MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA FUERZA DE "PEEL"
A 180 °.**

1987. "Pressure-sensitive tape council", Procedimiento No. A-010.0, 23 de Febrero de

Objetivo.

Determinar la fuerza necesaria para remover un sustrato con adhesivo de una superficie estándar, usando un ángulo de 180 ° y una velocidad constante de "peel", a una humedad y temperatura determinadas.

Productos.

Todos los adhesivos sensibles a la presión.

Equipo y Materiales.

- Un lugar de prueba capaz de mantener una temperatura de 22 +/- 1 °C. y una humedad relativa de 50 +/- 5 %.
- Aparato de tensión capaz de sujetar los páneces de prueba y que tenga una mordaza movable que permita mantener una velocidad constante de 12 in./min. El equipo también debe de permitir un registro constante de la carga aplicada versus la distancia recorrida. Este dispositivo puede ser por computadora o cualquier otro tipo de aditamento.
- Un rodillo automático que aplique una presión de 4.5 lb.
- Cinta adhesiva.
- Páneces estándar (PSTC) preacondicionados.
- Probetas del sustrato con el adhesivo preacondionadas de 1 por 5.5 in.

Procedimiento:

Una vez que los páneces con el adhesivo han sido preparadas, y el espesor del adhesivo llena los requisitos establecidos, los páneces se manejarán de la siguiente manera:

- Cortar las probetas de 1 por 5.5 in. del panel aproximadamente una hora antes de hacer el enlace con la superficie de prueba.
- Los páneces deben de ser acondicionados de 16 a 30 horas antes de que el enlace se realice. El cortado y etiquetado de las probetas debe de realizarse en un cuarto con las condiciones de humedad y temperatura especificadas. El tiempo máximo permitido entre la puesta del adhesivo y el contacto con la atmósfera acondicionada será de 2 horas.
- Los páneces de prueba deben de ser limpiados con metil etil cetona en una campana y colocados en condiciones de humedad y temperatura especificadas, por mínimo una hora y máximo 4 horas.
- Aproximadamente 10 minutos antes de la prueba debe de confirmarse que el equipo (Inston) se encuentre calibrado adecuadamente. La prueba requiere de una velocidad constante de 12 in./min. El rango de carga en el que se va a trabajar deberá ser escogido por el operador pero dependerá, en parte, en el desempeño propio del adhesivo escogido. Especificar también los límites máximos y

mínimos de la mordaza móvil. La distancia entre la mordaza fija y la móvil deberá de ser de 9 a 10 in. aproximadamente.

Posteriormente se deberán de cortar pedazos de cinta adhesiva que se pegarán a la probeta de 1 por 5 in. Estos pedazos serán de aproximadamente 14 in. de longitud. Se necesitará una cinta para cada probeta que se vaya a someterse a la prueba.

Una vez cortadas, se pegarán media pulgada arriba del extremo superior de la probeta, con el fin de aumentar la longitud de la probeta y, así, pueda ser sujeta a la mordaza cumpliendo con el ángulo de 180°. Los pedazos de cinta adhesiva se sujetarán a la probeta abajo del papel encerado que protege al adhesivo de contaminarse.

Una vez que la cinta adhesiva se le puso a todas las probetas, remover cuidadosamente el papel encerado de la zona adhesiva. Colocar, gentilmente la probeta, con el lado del adhesivo en la parte inferior al panel de prueba, cuidando no aplicar exceso de presión y que no queden burbujas de aire atrapadas entre la probeta y la superficie de prueba.

Inmediatamente después, meter el panel de prueba al rodillo automático, dejándolo pasar dos veces a lo largo de la superficie de prueba. Después de haber pasado por segunda vez, el rodillo deberá quedar en su posición original.

A partir de este momento se debe de empezar a contar el tiempo de secado. Este tiempo dependerá del adhesivo y deberá ser proporcionado por el fabricante. En caso de que este tiempo sea muy largo, por ejemplo de 24 horas, el panel con la probeta se debe de retener a condiciones de acondicionamiento.

Al menos dos pruebas deben de realizarse para cada adhesivo. La segunda probeta se pondrá en otro panel, con el fin de balancear cualquier diferencia de la superficie de prueba.

Justo antes de empezar la prueba se debe de sujetar la parte superior del panel con la mordaza fija. Una vez que se encuentre bien fijo, se toma la cinta adhesiva y se hace un doblez hacia atrás y se sujeta la punta de la cinta adhesiva a la mordaza móvil, tratando siempre de mantener la probeta en el mismo plano vertical, a un ángulo de 180°.

Para poder empezar la prueba es necesario ajustar el mecanismo autográfico del equipo, la velocidad de pelado, el límite de distancia de la mordaza móvil, etc. Una vez realizado esto, arrancar la prueba.

Durante la prueba debe de anotarse cualquier anomalía observada. Al terminar, se debe analizar la gráfica, sacar el valor promedio y anotar el modo de falla del sistema. Se deberá de despreciar la primera media pulgada de la prueba, ya que hasta ahí se alcanza, aproximadamente, el estado estacionario del sistema.

Realizar la prueba para todas las probetas y registrar los valores promedio de fuerza de "peel" para cada una de ellas y el valor promedio para el adhesivo en cuestión. También registrar la desviación estándar y el tipo de falla del adhesivo.

En la siguiente página, se muestra un detalle tanto de la probeta en el panel de prueba, como del panel con la probeta dentro del equipo.

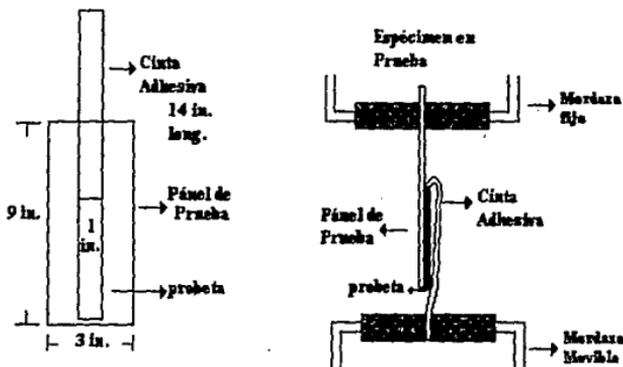
Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas, solventes y calor; mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.



Posibles fuentes de error.

- Pesado incorrecto de las probetas.
- Limpiado incorrecto de los paneles de prueba.
- Mala formación del enlace debido a bolsas de aire o mal pliegue.
- Tiempo de secado incorrecto.
- Ángulo de pelado incorrecto o panel de prueba colocado incorrectamente.
- Error de apreciación en el modo de falla o promedios incorrectamente sacados.

Modos de Falla:

Adhesivo: La capa adhesiva no se adhiere a la superficie de prueba, quedando completamente adherida a la probeta.

Cohesiva: La capa adhesiva se distribuye tanto en la superficie del panel, como en la superficie de la probeta.

Transferencia: La capa adhesiva se remueve completamente de la probeta y queda en la superficie del panel. Ningún residuo queda en la probeta.

Mixta: Es una mezcla de las dos últimas, pero se debe de anotar el mayor porcentaje de falla.

"Fantasmas": Se refiere a algún tipo de material depositado en la superficie de la probeta, que no se puede clasificar como de naturaleza polimérica y, además, no exhibe propiedades de pegajosidad. Este material tampoco debe de confundirse como impureza y es recomendable pedir ayuda a personal especializado para caracterizarlo.

**MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA PEGAJOSIDAD EN
"LOOP" DE UN ADHESIVO.**

"Pressure sensitive tape council" procedimiento No. A-0.013, 30 de enero de 1987.

Objetivo.

Determinar la pegajosidad, o en inglés "quick stick", de una capa de adhesivo polimérico sensible a la presión, a condiciones de temperatura y humedad relativa constantes.

Productos.

Todos los adhesivos sensibles a la presión.

Equipo y materiales.

- Instron modelo 1123 o 1125 o algún equipo comparativo.
- Temperatura constante de 22 +/- 1 °C. y humedad relativa de 50 +/- 4 %.
- Páneces de prueba de acero inoxidable de 3 por 9 in.
- Cinta adhesiva de 1 pulgada de ancho.
- Especímenes de prueba.

Procedimiento:

Una vez que los páneces con el adhesivo han sido preparadas y el espesor del adhesivo llena los requisitos establecidos, los páneces se manejarán de la siguiente manera:

- Cortar las probetas de 1 por 5.5 in. del panel aproximadamente una hora antes de hacer el enlace con la superficie de prueba.
- Los páneces deben de ser acondicionados de 16 a 30 horas antes de que el enlace se realice. El cortado y etiquetado de las probetas debe de realizarse en un cuarto con las condiciones de humedad y temperatura especificadas. El tiempo máximo permitido entre la puesta del adhesivo y el contacto con la atmósfera acondicionada será de 2 horas.
- Los páneces de prueba deben de ser limpiados con metil etilo cetona en una campana y colocados en condiciones de humedad y temperatura especificadas, por mínimo 1 y máximo 4 horas.

De la probeta, remover el papel encerado aproximadamente 1 1/8" a partir de un extremo de la misma. Sujetar un pedazo de cinta adhesiva de aproximadamente 1 por 5 1/2 in., a través del adhesivo descubierto, formando un ángulo de 90 ° con la longitud de la probeta y tratando de que el adhesivo debe de quedar aproximadamente en medio de la cinta adhesiva.

Remover aproximadamente la misma cantidad de papel encerado del otro extremo de la probeta formando un "loop", de tal manera que el adhesivo debe de quedar en la cara exterior del "loop". Los extremos deben de quedar alineados para que ocupen un área de aproximadamente 1 in.².

Doblar la cinta adhesiva cubriendo el área de 1 por 1 in. con el fin de sellar el loop y que la cinta adhesiva se pueda sujetar a las mordazas del Instron.

Una vez que el "loop" se sujetó, remover el papel encerado y colocar el "loop" encima de éste para evitar la contaminación del adhesivo. Repetir la operación para dos especímenes, que serán representativos de los resultados.

Preparar el Instron de la siguiente manera:

- Que sea capaz de sujetar el panel de prueba en la mordaza fija del aparato, con la superficie de prueba viendo hacia abajo.
- Ajustar la sensibilidad, el mecanismo autográfico, etc.
- Ajustar la mordaza móvil de tal manera de que llegue a la superficie de prueba a una velocidad de 12 in./min. y se detenga a una distancia de 0.5 in. de ésta.
- Ajustar la mordaza móvil a ciclar cuando se llegue a esta última distancia.

Ajustar la mordaza móvil de tal forma que una vez sujetada la probeta, el extremo del "loop" quede a máximo 3/4 de pulgada de la superficie de prueba.

Insertar el panel en la mordaza fija, con la superficie viendo hacia abajo, asegurándose que quede bien fijo.

Insertar la probeta en la mordaza móvil, de tal manera que el extremo de la cinta adhesiva más cercana al "loop", quede paralela a la mordaza.

Ajustar la escala tomando en cuenta que la mayoría de los productos dan valores menores a 10 libras. Si el valor esperado es menor a 5 libras, usar la escala de 5 libras para mayor exactitud. Si hay duda en el resultado, ajustar la escala a 10 o 20 libras.

Al arrancar la prueba, si el aparato fue propiamente ajustado, la mordaza móvil llegará hasta una distancia de 0.5 pulgadas, causando que el espécimen entre en contacto con la superficie. Inmediatamente después, se desplazará en sentido contrario, logrando así que el espécimen se separe de la superficie. La resistencia a la separación es registrada por la máquina. La gráfica mostrará un pulso, cuyo valor máximo es la pegajosidad del adhesivo.

Nota: Si en algún adhesivo hay falla de transferencia, este valor no será representativo de la prueba.

Registrar el valor individual de cada probeta, el promedio de las que fueron probadas y la desviación estándar.

En la siguiente página se muestran algunos detalles de la prueba.

Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas, solventes y calor; mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.

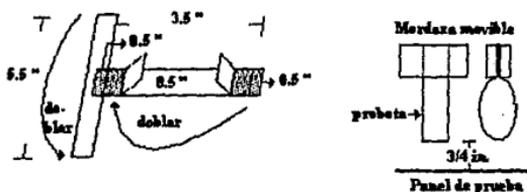
Posibles fuentes de error.

- Pesado incorrecto del adhesivo
- Tiempo de secado o temperatura de mezclado del adhesivo incorrectas.

PRUEBA DE "LOOP TACK"

- Capa adhesiva mal aplicada.
- Pliegues causados por no remover correctamente el papel encerado.
- La probeta no fue posicionada correctamente en el Instron.
- La longitud a la que se detiene la mordaza móvil no fue ajustada correctamente.
- Los especímenes y/o superficies de prueba no fueron correctamente acondicionados.
- Contaminación en la capa adhesiva.

Detalle del procedimiento:



MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL DESGARRE DE UN ENLACE ADHESIVO.

"Pressure sensitive tape council, procedimiento No. A-015, 23 de Febrero de 1987".

Objetivo.

Determinar la tolerancia a la carga en un adhesivo sensibles a la presión, así como el tiempo de falla del enlace ante una carga constante de desgarre a condiciones de humedad y temperatura constantes.

Productos.

Adhesivos sensibles a la presión.

Materiales y equipo.

- Cuarto capaz de mantener una temperatura constante de 22 +/- 1 °C.; así como una humedad relativa de 50 +/- 5 %.
- Páneles de prueba estándar (PSTC).
- Estaciones para pruebas de desgarre con cronómetros capaces de registrar el tiempo en horas o minutos, barra montable con ángulo ajustable y un dispositivo capaz de detener el tiempo cuando el adhesivo falle.
- Pesas de masa constante de 1 kg. o una lb.
- 3 probetas mínimo de 0.5 o 1 in. de ancho por 3.5 in. de largo.
- Rodillo automático con una velocidad de 12 in./min que aplique una presión de 4.5 lb.
- Cinta adhesiva para reforzar el área de prueba.
- Anillos en forma de "D" para sujetar cargas de 1 kg.

Procedimiento.

Preparar 3 espécimenes de prueba de acuerdo a la geometría que muestran las normas anteriores. Cada adhesivo se debe de correr en triplicado.

Para la prueba, las probetas deben de tener un periodo de acondicionamiento de 1 hora antes de aplicar los enlaces. Los páneles de donde se cortan las probetas, no deberán de cortarse antes de 15 horas o después de 30, permaneciendo a condiciones de temperatura y humedad constantes. Éstos deben de acondicionarse en un tiempo máximo de 2 horas después de que se les aplique el adhesivo. Las superficies estándar deben de limpiarse con metil etil cetona y acondicionados a condiciones estándar entre 1 y 4 horas antes de aplicar algún enlace.

Sujetar, con cinta adhesiva, el anillo en forma de "D" al extremo de las probetas que serán probadas. Éstos deben de ocupar un área de 1 in.² a partir de uno de los extremos de la probeta.

Posteriormente se debe de seleccionar una estación de prueba y verificar que la barra esté inclinada 2° a partir del eje vertical. Remover entonces el panel y proseguir la prueba.

PRUEBA DE "SHEAR"

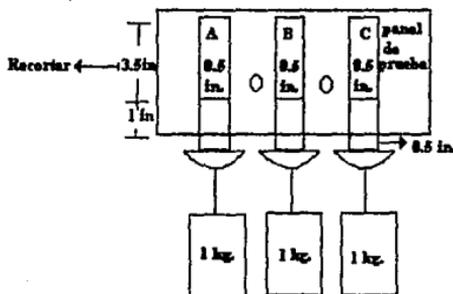
Quitar el papel encerado de la probeta y colocarla toda en la superficie de prueba tratando de que no queden bolsas de aire entre las superficies y evitando el exceso de fuerza al presionar. Cuidar también que quede un ángulo de 90° entre el extremo del panel y el límite vertical de la probeta.

Cortar, posteriormente, el exceso de superficie de la probeta con un exacto, con el fin de definir el área enlazada. Remover los excesos.

Efectuar el enlace con la doble pasada de un rodillo que aplique 4.4 lb. y registrar este tiempo como tiempo 0.

Sujetar el panel al equipo y dar un tiempo de secado de 30 minutos. Posteriormente colocar las cargas a las probetas tratando de que no se columpien. Durante la prueba se deben de revisar periódicamente las estaciones de prueba y cuando los tres espécimenes hayan fallado, registrar el tiempo de falla individual; así como el tipo de falla.

A continuación se muestran las probetas durante la prueba:



Nota 1.

En el caso de estar probando materiales no comerciales en que no se sepa la resistencia al desgarre, los parámetros de evaluación deben de ser de una libra por 1/4 de pulgada cuadrada. Si el espécimen se queda en el panel más de 100 horas, se deberá de interrumpir la prueba y probar con 1 kilogramo de carga por 1/4 de pulgada cuadrada. Si aún así dura más de 100 horas, entonces se deberá de reportar simplemente como "mayor de 100 horas".

Condiciones de seguridad.

Manipular las pruebas que tengan solventes volátiles en áreas ventiladas y lejos de fuentes de ignición.

Evitar el contacto de las pruebas, solventes y calor; mediante el uso de equipo protector como guantes de hule, guantes aislados u otros equipos protectores.

Precaución a la hora de cortar las muestras.

Tener cuidado con las partes punzantes del equipo mecánico.

Fuentes potenciales de error.

- Pesado incorrecto de las probetas.
- Limpieza incorrecto de los paneles de prueba.

PRUEBA DE "SHEAR"

- Mala formación del enlace debido a bolsas de aire o mal pliegue.
- Tiempo de secado incorrecto.
- Área de enlace no paralela a la carga.
- Temperatura y/o humedad no constante.

Modos de falla.

Adhesivo: La capa adhesiva no se adhiere a la superficie de prueba, quedando completamente adherida a la probeta.

Cohesiva: La capa adhesiva se distribuye tanto en la superficie del panel, como en la superficie de la probeta.

Transferencia: La capa adhesiva se remueve completamente de la probeta y queda en la superficie del panel. Ningún residuo queda en la probeta.

Presencia de olas: Este modo se caracteriza por la aparición de "rollos u olas" en el adhesivo que se encuentra en la superficie de prueba y en la probeta. Estas anomalías son generalmente perpendiculares a la dirección de la carga, y ocurren a lo largo del ancho de la capa adhesiva.