



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 273 906**

51 Int. Cl.:  
**C08F 2/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01986309 .1**

86 Fecha de presentación : **05.10.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1370590**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **17.12.2003**

54 Título: **Método para preparar masas autoadhesivas termofusibles de acrilato reticuladas.**

30 Prioridad: **06.10.2000 DE 100 49 669**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.05.2007**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.05.2007**

73 Titular/es: **tesa AG.**  
**Quickbornstrasse 24**  
**20253 Hamburg, DE**

72 Inventor/es: **Cartellieri, Ulf;**  
**Husemann, Marc;**  
**Ring, Christian y**  
**Zöllner, Stephan**

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 273 906 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Método para preparar masas autoadhesivas termofusibles de acrilato reticuladas.

5 Los poliacrilatos reticulables por radiación UV - sobre todo como masas autoadhesivas - se conocen desde hace mucho tiempo. Frente a los sistemas convencionales térmicamente reticulables ofrecen varias ventajas. Los polímeros de acrilato reticulables por UV que, por ejemplo, se aplican en solución sobre la superficie de un soporte pueden reticularse del modo deseado variando la concentración de activador y la dosis de UV. Por tanto la densidad de reticulación y con ella las propiedades del producto son fáciles de regular mediante los parámetros de proceso - en este caso  
10 la dosis de UV - junto a la dosificación. Estos sistemas poliméricos dinámicamente regulables suponen una ventaja esencial en una moderna estructura productiva, cuando hay que implementar un surtido complejo de productos a partir de pocos elementos.

15 La reticulación por UV puede conseguirse por varios métodos. En el caso más sencillo se añade un activador UV a un poliacrilato saturado corriente. Aquí se distingue entre activadores de tipo I y de tipo II: los primeros se disocian tras la activación UV y los últimos separan átomos de hidrógeno tras la activación UV.

20 Se ha demostrado que los fotoiniciadores añadidos del tipo I no son generalmente capaces de generar radicales reticulables en un poliacrilato saturado corriente, puesto que predominan otras reacciones concurrentes. En cambio, añadiendo un foto-iniciador del tipo II puede lograrse una reacción reticulante en una masa de poliacrilato sin modificar, por ejemplo en un copolímero de acrilato de 2-etilhexilo y ácido acrílico. Sin embargo dicha reacción es menos efectiva cuando se agregan resinas para incrementar la adherencia. Esto es debido sobre todo a que las resinas absorben luz UV, tienen una influencia fuertemente reguladora y por tanto afectan negativamente a la reticulación por UV o incluso la inhiben. La adición de acrilatos o metacrilatos multifuncionales para aumentar el grado de reticulación tampoco tiene mucho efecto. Además los grupos acrilato no reaccionados pueden producir una postreticulación  
25 inconveniente, que resulta perjudicial para la estabilidad de las propiedades del producto.

Un método más elegante consiste en incorporar desde el principio dobles enlaces vinílicos al polímero acrílico, a fin de facilitar la reticulación.

30 La patente US 4,234,662 describe un método para la producción de masas adhesivas termofusibles con propiedades sensibles a la presión, que consta de las siguientes etapas:

35 Copolimerización de acrilatos o metacrilatos de alilo con al menos un monómero acrílico copolimerizable, obteniéndose un prepolímero sólido a temperatura ambiente; calentamiento del prepolímero sólido resultante, alílicamente insaturado, hasta una temperatura a la cual sea líquido y fluido, y aplicación del prepolímero líquido sobre un sustrato. El sustrato con esta capa se somete a una radiación electrónica de 1 hasta 4 megarad, capaz de reticular el prepolímero, y se obtiene una masa adhesiva curada sensible a la presión. La desventaja de este método es su difícil realización, ya que los polímeros tienden a formar geles durante la polimerización iniciada por radicales y durante su  
40 aplicación en estado fundido.

Por lo tanto en las patentes US 5,391,406 y US 5,416,127 se propone incorporar los grupos vinílicos del polímero mediante una reacción específica de tipo polimérico con dimetil-meta-isopropilenil-bencil-isocianato (m-TMI). Estos polímeros así funcionalizados pueden aplicarse en estado fundido sin que se formen geles, pues la temperatura techo de la polimerización térmica del grupo isopropilenilo es inferior a la temperatura de aplicación. Si se agrega un fotoiniciador al polímero, la masa es reticulable por UV. Sin embargo, este método también presenta inconvenientes prácticos: por una parte el proceso efectuado mediante dicha reacción de tipo polimérico resulta laborioso y por tanto complejo, por otra parte los polímeros de elevado peso molecular funcionalizados con dobles enlaces, como los obtenidos en este caso, son especialmente sensibles al cizallamiento con temperaturas altas y por tanto conducen a una fuerte e indeseada gelificación durante su tratamiento en el proceso de termofusión, a causa de las elevadas fuerzas de fricción producidas en la extrusora.

Los fotoiniciadores copolimerizables facilitan igualmente la reticulación. La patente DE 24 43 414 A1 describe un método para preparar productos autoadhesivos con una masa basada en derivados de poli(ácido acrílico) reticulados, que lleva 0,01 hasta 5% de un acrilato o metacrilato de (2-alcoxi-2-fenil-2-benzoíl)etilo como fotoiniciador copolimerizado y se reticula mediante breve irradiación con luz ultravioleta.

60 No obstante, los ésteres (met)acrílicos usados ahí como fotosensibilizadores polimerizables solo pueden obtenerse con un rendimiento relativamente bajo, mediante síntesis de varias etapas, y tampoco son muy eficientes en la reticulación UV. En la patente DE 27 43 979 A1 se expone como mejora un método para preparar productos recubiertos con una masa autoadhesiva basada en derivados de poli(ácido acrílico) reticulados, que consiste en polimerizar un fotoiniciador en la masa adhesiva y reticular seguidamente sobre el material soporte mediante breve irradiación con luz ultravioleta. Como fotoiniciador se polimeriza 0,01 hasta 5% en peso de acrilato o metacrilato de benzoína en la masa autoadhesiva.

65 Las masas adhesivas descritas en estas patentes se preparan preferentemente por polimerización en solución y después se aplican en solución sobre un soporte. La capa solamente puede someterse a radiación UV una vez seca. Sin embargo los foto-iniciadores copolimerizados tienen en general una desventaja: la preparación de un sistema

## ES 2 273 906 T3

autoadhesivo de acrilato reticulable por UV está muy limitada, pues se dispone de muy pocos fotoiniciadores que sin grandes problemas sean económicamente interesantes como compuestos copolimerizables.

La patente EP 0 578 151 B1 describe el empleo de adhesivos de contacto basados en poliácrlato y copolimerizados con derivados de benzoína, para el recubrimiento continuo por termofusión a gran escala de productos médicos, reticulando luego el adhesivo mediante irradiación UV. Aquí también existen las limitaciones antedichas en cuanto a disponibilidad de foto-iniciadores económicamente interesantes.

La BASF AG describe derivados de benzofenona copolimerizables, que tras la radiación UV pueden detraer átomos de hidrógeno (EP 0 343 467; US 5,047,443; US 5,264,533). Al contrario de lo que sucede con los activadores disociables, mediante estos fotoactivadores no se forma ningún componente de bajo peso molecular capaz de evaporarse de la capa de masa curada y afectar negativamente a sus propiedades. Así, tras irradiar con UV los sistemas descritos, entre otras cosas, en la patente DE 27 43 979 A1, se forma benzaldehído, que puede percibirse como olor molesto.

Todos los fotoiniciadores descritos hasta la fecha, y los prepolímeros acrílicos reticulables por UV preparados con aquellos, tienen una clara limitación en cuanto al margen de longitud de onda que posee un efecto desencadenante de la reacción de reticulación. Cada fotoiniciador incorporado al sistema por copolimerización determina mediante su máximo de absorción la región de longitud de onda disponible para la reticulación.

Hay limitación cuando este prepolímero acrílico se halla, por ejemplo, en capa más gruesa, como masa de polímero mezclada con resina o con pigmentos, y debe reticularse con radiación ultravioleta. La mayoría de los sistemas convencionales solo puede reticularse suficientemente hasta un grosor limitado de capa (por ejemplo, el sistema de la patente DE 27 43 979 A1 arriba citada hasta un espesor de capa de 50  $\mu\text{m}$ ). Para espesores más gruesos el polímero ya no tiene suficiente permeabilidad a la luz UV en el intervalo de longitud de onda donde actúa el fotoiniciador. Las capas pigmentadas, por ejemplo de masas poliméricas coloreadas en blanco con dióxido de titanio, ya no pueden reticularse en absoluto por UV en un margen de longitud de onda de 250 nm (máximo de absorción del acrilato de benzoína anteriormente mencionado).

La patente US 5,194,455 describe un proceso para preparar adhesivos termofusibles a base de acrilato sensibles a la presión, mediante la irradiación de un sustrato, donde se copolimeriza, al menos, un monómero acrílico con N-terc.-butilacrilamida (TBA) y la mezcla reactiva de polimerización puede llevar además uno o más compuestos etilénicamente insaturados no pertenecientes al grupo de los monómeros acrílicos arriba citados. El polímero sólido resultante se calienta y se aplica en estado fluido o líquido sobre un sustrato, de modo que puede contener aditivos y materias auxiliares, y el sustrato recubierto se somete a radiación de gran energía.

En la patente WO 96/35725 se reivindica un adhesivo sensible a la presión, pigmentado y reticulado, que contiene un copolímero aplicado a un sustrato y endurecido por radiación UV de tal manera, que a 70°C posee una resistencia al cizallamiento de al menos 20 horas. Este copolímero contiene un pigmento, un fotoiniciador detractor de átomos de hidrógeno y un copolímero a base de acrilato, el cual se prepara a partir de una mezcla monomérica fundamentalmente exenta de ácidos, que tiene la siguiente composición:

- (i) aprox. 30 hasta 99,99% en peso de, al menos, un acrilato de alquilo, en el cual el grupo alquilo tiene de 1 hasta 24 átomos de C,
- (ii) aprox. 0,01 hasta 15% en peso de un monómero que contiene un grupo amino terciario,
- (iii) 0 hasta 25% en peso de, al menos, un monómero vinílico polar y
- (iv) 0 hasta 30% en peso de un diéster de un ácido dicarboxílico etilénicamente insaturado, referido respectivamente al peso total del monómero.

Para reticular las capas de estos poliácrlatos se necesitan activadores UV de longitud de onda elevada como la isopropiltioxantona. El inconveniente de copolimerizar compuestos de dimetilaminoalquilo es la limitación a comonomeros exentos de ácido carboxílico, tal como ocurre en todas las aplicaciones de la patente WO 96/35725. Por ejemplo, la polimerización en solución iniciada térmicamente de monómeros acrílicos, ácido acrílico y compuestos de dimetilaminoalquilo olefinicamente insaturados produce, al cabo de poco tiempo de reacción, un fuerte aumento de viscosidad y gelificación.

Precisamente los polímeros acrílicos, y sobre todo los que contienen ácido carboxílico, son especialmente ventajosos para las masas adhesivas de elevadas prestaciones. Su consistencia, que, aparte de la propia reticulación, depende claramente de los enlaces por puente de hidrógeno dentro del polímero, puede favorecerse con la máxima eficiencia mediante la copolimerización de ácido acrílico. La conocida fijación del poliácrlato, que contribuye a reforzar la resistencia de la unión, también mejora sustancialmente en presencia de proporciones notables de ácido acrílico incorporado al polímero.

Los iniciadores corrientes no son apropiados para los sistemas saturados, a no ser que el sistema objeto de la reticulación se active mediante comonomeros o grupos vecinos dadores de electrones. Por tanto, hasta la fecha no

## ES 2 273 906 T3

se había descrito ningún sistema de reticulación UV capaz de reticular eficientemente poliacrilatos sin comonomeros funcionales.

La mayoría de los fotoiniciadores empleados tienen además la desventaja de que no resisten el proceso de termofusión, es decir, que cuando se calientan a las temperaturas usuales en tales procesos pierden su reactividad como iniciadores de la reticulación.

Los derivados de benzoína y de bencilo no son adecuados para temperaturas de reacción elevadas. Así, en "Chemistry & Technology of UV & EB Formulation for Coatings, Inks and Paints, volumen 5, PKT Oldering, 1994" se mencionan, por ejemplo, el benzoínmetiléter y el bencildimetilcetal como fotoiniciadores del tipo I frecuentemente empleados. Ambos fotoiniciadores no pueden usarse en el proceso de termofusión o solo de modo muy limitado, pues a largo plazo son inestables y se descomponen. Esto vale especialmente para los sistemas que contienen ácido acrílico, los cuales constituyen por regla general la base de las masas autoadhesivas de poliacrilato.

Como iniciador capaz de detraer átomos de hidrógeno (tipo II) la benzofenona tiene mayor estabilidad térmica, pero sublima intensamente de la masa autoadhesiva de poliacrilato sometida a carga térmica o al vacío. De manera análoga se comporta la canforquinona, que también tiene un peso molecular relativamente bajo y por tanto a temperaturas elevadas y bajo vacío tiende a volatilizarse de la masa sometida a reticulación.

El objetivo de la presente invención es ofrecer un método para preparar una masa autoadhesiva de poliacrilato, en el cual, mediante el proceso de termofusión, se elabora un sistema reticulable de poliacrilato saturado, que puede reticularse a continuación. Este sistema debe permanecer estable durante un periodo de tiempo prolongado en las drásticas condiciones del proceso de termofusión, es decir debe presentar un tiempo de aplicación adecuadamente alto. Debe evitarse, al menos sensiblemente, que el sistema de poliacrilato gelifique durante el proceso de termofusión. Por lo tanto, se aspira a encontrar un método de reticulación que permita prescindir de grupos o componentes adicionales para activarla. El proceso de reticulación no debe resultar perjudicado, o solamente de manera inapreciable, por la presencia de aditivos en la masa autoadhesiva.

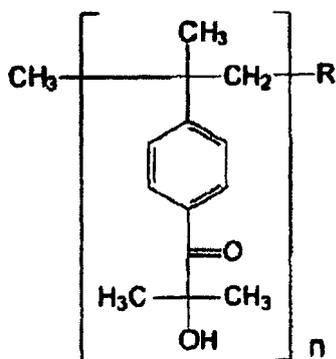
Este objetivo se resuelve de manera sorprendente e imprevisible para el especialista mediante un método como el descrito en la reivindicación principal. Las reivindicaciones siguientes se refieren a variantes ventajosas de este método. Asimismo se reivindica el uso de un agente  $\alpha$ -disociable polifuncional en forma de oligómero.

Según ello, la reivindicación principal se refiere a un método para preparar una masa autoadhesiva de poliacrilato mediante un proceso de termofusión. Según este método se agrega un agente  $\alpha$ -disociable polifuncional en forma oligomérica al polímero por reticular, antes de elaborarlo mediante el proceso de termofusión, y la reticulación UV se efectúa tras la elaboración en el proceso de termofusión.

Se llaman agentes  $\alpha$ -disociables aquellos compuestos que actúan como iniciadores, los cuales se fragmentan intramolecularmente en radicales durante la etapa de iniciación - por ejemplo mediante irradiación ultravioleta - partiéndose el enlace con el átomo de carbono o el heteroátomo situado en posición  $\alpha$  respecto a un grupo activador de la formación de radicales, sobre todo respecto a un grupo carbonilo.

Como iniciador  $\alpha$ -disociable se usa muy preferentemente según la presente invención una  $\alpha$ -hidroxicetona.

En una forma de ejecución especialmente ventajosa del método según la presente invención, como  $\alpha$ -hidroxicetona se emplea oligo [2-hidroxi-2-metil-1-[4-(1-metilvinil)fenil]-propanona]:



Resulta ventajoso usar 0,1 hasta 5% en peso, sobre todo 0,25 hasta 1% en peso del agente  $\alpha$ -disociable, respecto al polímero objeto de reticulación.

## ES 2 273 906 T3

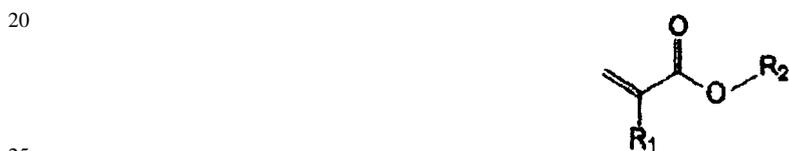
Para el método de la presente invención es decisivo que el agente  $\alpha$ -disociable que sirve de fotoiniciador, preferentemente la  $\alpha$ -hidroxicetona, no vaya copolimerizado en el prepolímero, sino añadido como componente separado después de la polimerización pero antes de la reticulación. En el caso de un proceso en línea esto equivale a una adición antes de la termofusión, ya que la reticulación sigue inmediatamente después.

5 Los iniciadores UV empleados son conocidos en principio para esta función de las masas de acrilato. No era de esperar que estos iniciadores soportaran durante mayor tiempo las condiciones del proceso de termofusión: así, durante un periodo de tiempo prolongado no pudo detectarse sorprendentemente ninguna descomposición u otro tipo de destrucción, ni se volatilizaron los iniciadores, tal como suele observarse en los iniciadores UV habitualmente  
10 empleados para el proceso de termofusión, a más tardar durante el proceso de concentración.

Para aumentar el tiempo de vida de las masas autoadhesivas y de sus productos previos hay que conservarlos o elaborararlos en la oscuridad.

15 En otra forma de ejecución muy favorable del método de la presente invención, para preparar el polímero que debe reticularse se emplea una mezcla de monómeros que contiene al menos los siguientes componentes

- a) 65 hasta 100% en peso de ácido (met)acrílico y derivados de ácido (met)acrílico de la fórmula general



donde  $R_1 = H$  o  $CH_3$  y  $R_2$  es una cadena alquilo de 2 hasta 20 átomos de C,

b) 0 hasta 35% en peso de compuestos vinílicos con grupos funcionales,  
30 de tal manera que la suma de todos los componentes empleados es igual al 100% en peso.

También resulta muy ventajoso agregar al polímero que debe reticularse 0,5 hasta 40% en peso de una o varias resinas y/o 0,1 hasta 0,3% en peso de uno o varios amino-acrilatos - sobre todo oligómeros - referido respectivamente al prepolímero.

De un modo ventajoso para el proceso, la reticulación UV se efectúa por radiación ultravioleta de corta duración, en una región de longitud de onda de 200 hasta 400 nm, empleando sobre todo lámparas de mercurio de presión alta o media, con una potencia de 80 hasta 200 W/cm.

Asimismo se reivindica la utilización de un agente  $\alpha$ -disociable polifuncional en forma oligómera, sobre todo de un tipo de  $\alpha$ -hidroxicetona, en concreto oligo [2-hidroxi-2-metil-1-[4-(1-metilvinil)fenil]propanona], como iniciador UV para la reticulación de las masas autoadhesivas de poliacrilato que pasan por el proceso de termofusión.

45 Para la reticulación según el método de la presente invención, además de los poliacrilatos arriba descritos se pueden usar todas las masas autoadhesivas de acrilato, sobre todo las que poseen características adherentes correspondientes al "Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology", de Donatas Satas (van Nostrand, Nueva York 1989).

El polímero a reticular se prepara preferentemente mediante una polimerización radicalaria libre o controlada.  
50 La polimerización se puede realizar en reactores que van provistos generalmente de un agitador, varios recipientes dosificadores, refrigerante de reflujo, calefacción y refrigeración, y que están equipados para trabajar bajo atmósfera y sobrepresión de  $N_2$ .

La polimerización radicalaria se efectúa en presencia de uno o varios disolventes orgánicos y/o en presencia de agua, o en masa. Se pretende mantener tan baja como sea posible la cantidad de disolvente empleado. El tiempo de polimerización es de 6 a 48 horas, en función del rendimiento y de la temperatura. El peso molecular medio de los polímeros varía entre 300.000 y 2.000.000 g/mol, preferentemente entre 600.000 y 1.200.000 g/mol.

Como disolventes para la polimerización en solución se usan preferentemente ésteres de ácidos carboxílicos saturados (como acetato de etilo), hidrocarburos alifáticos (como n-hexano o n-heptano), cetonas (como acetona o metilacetona), bencina de bajo punto de ebullición o mezclas de estos disolventes. De modo muy preferente se usa una mezcla de disolventes formada por acetona e isopropanol, en la cual el contenido de isopropanol está comprendido entre 1 y 10 por ciento en peso. Como iniciadores de polimerización se emplean los compuestos habitualmente formadores de radicales, por ejemplo peróxidos y compuestos azoicos. Asimismo pueden utilizarse mezclas de iniciadores. En la polimerización también se pueden emplear tiores, como reguladores adicionales, para disminuir el peso molecular y rebajar la polidispersión. Como otros reguladores de polimerización se pueden usar p.ej. alcoholes y éteres.

## ES 2 273 906 T3

Resulta ventajoso agregar resinas taquificantes a los polímeros, en una proporción de hasta 40% en peso. Para ello pueden usarse sin excepción todas las resinas adherentes ya conocidas y descritas en la literatura. Como ejemplos cabe citar las resinas de pineno, indeno y colofonia, sus derivados desproporcionados, hidrogenados, polimerizados, esterificados y sus sales, las resinas de hidrocarburos alifáticos y aromáticos, las resinas terpénicas y terpenofenólicas, así como las resinas de hidrocarburos C5, C9 y otros. Se pueden emplear cualesquiera combinaciones de estas y otras resinas, para ajustar a medida las propiedades de las masas adhesivas resultantes. Se hace referencia expresa a la exposición del nivel de conocimientos contenido en el "Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology", de Donatas Satas (van Nostrand, Nueva York 1989).

Es ventajosa la adición de amino-acrilatos, sobre todo en forma oligómera, al polímero que debe reticularse. De este modo se puede aumentar la velocidad de la reticulación. Han resultado especialmente adecuados los productos que vende la firma Rahn con la marca comercial Genomer®, como los tipos Genomer 5248®, Genomer 5275® y Genomer 5292®. Al agregar los amino-acrilatos, debe tenerse en cuenta que el aumento de la velocidad de reticulación reduce la estabilidad en las condiciones de la termofusión. Por lo tanto, estos compuestos se añaden oportunamente poco antes de la reticulación.

La adición de los acelerantes tiene la ventaja de ampliar la selección de monómeros acrílicos, que ya no queda sujeta a las limitaciones actuales del estado técnico. Así, por ejemplo, también cabe la posibilidad de incorporar comonómeros acrílicos carboxilados en el polímero. En este caso también es posible una reticulación eficiente, que permite la producción de masas autoadhesivas de acrilato muy resistentes al cizallamiento y fuertemente pegajosas.

Para incrementar la eficiencia de reticulación, los polímeros no reticulados se mezclan opcionalmente con reticulantes: sustancias reticulantes adecuadas en este sentido son por ejemplo los acrilatos bi- o multifuncionales. Pero aquí también pueden usarse todos los demás compuestos bi- o multifuncionales conocidos del especialista, capaces de reticular poli-acrilatos.

Los polímeros no reticulados y mezclados de dicha manera se aplican como masas termofusibles (hotmelt) sobre un soporte (PP, BOPP, PET, velo, PVC, poliéster, espuma, etc.) o un papel separador (pergamino, HDPE, LDPE), bien directamente o por translaminación. La reticulación UV se realiza luego de manera ventajosa, directamente sobre este soporte. La adición de amino-acrilatos, tal como se describe arriba, puede realizarse de manera excelente antes de la aplicación, con el fin de reducir a un mínimo el tiempo que estos compuestos quedan sometidos a las condiciones drásticas de reacción.

Las masas autoadhesivas de acrilato preparadas conforme al método de la presente invención también se pueden mezclar con uno o varios aditivos como antioxidantes (primarios y secundarios), agentes fotoprotectores y agentes protectores contra el ozono.

También pueden llenarse con una o varias cargas, como fibras, negro de humo, óxido de cinc, dióxido de titanio, microsferas macizas, sílice, silicatos y creta, siendo igualmente posible la adición de isocianatos exentos de bloqueantes.

Como documentación se llevaron a cabo las series de ensayos descritos a continuación.

### Ejemplos

#### *Métodos de ensayo*

Se emplearon los siguientes métodos de ensayo para evaluar las características técnicas de adhesión de las masas autoadhesivas preparadas.

#### *Resistencia al cizallamiento (ensayo A)*

Una tira de 13 mm de ancho de la cinta adhesiva se pegó sobre una superficie lisa de acero, limpiada tres veces con acetona y una vez con isopropanol. La superficie pegada era de 20 mm x 13 mm (longitud x anchura). A continuación, la cinta adhesiva se presionó cuatro veces sobre el soporte de acero con un peso de 2 Kg. A temperatura ambiente se fijó un peso de 1 Kg a la cinta adhesiva y se midió el tiempo hasta la caída del peso.

Los tiempos de la resistencia al cizallamiento se expresan en minutos y corresponden al valor medio de tres mediciones.

#### *Determinación del contenido de gel (ensayo B)*

Las muestras de adhesivo sin disolvente, cuidadosamente secadas, se introducen en unas bolsitas de polietileno (velo Tyvek) soldadas. Por diferencia de pesos de la muestra antes de la extracción y después de la extracción con tolueno se determina el valor de gel, es decir el porcentaje en peso de polímero insoluble en tolueno.

## ES 2 273 906 T3

### *Ensayo de adherencia a 180° (ensayo C)*

Una tira de 20 mm de ancho de una masa autoadhesiva de acrilato aplicada sobre un poliéster se pegó sobre planchas de acero lavadas dos veces con acetona y una vez con isopropanol. La tira adhesiva se apretó dos veces sobre el sustrato con un peso de 2 Kg. La cinta adhesiva se arrancó inmediatamente del sustrato con una velocidad de 300 mm/min y un ángulo de 180°. Todas las mediciones se llevaron a cabo a temperatura ambiente y en condiciones climatizadas.

Los resultados de ensayo se indican en N/cm y son el promedio de tres mediciones.

### *Preparación y reticulación de las muestras*

#### Parte I

#### 15 *Adición de Esacure KIP 150®*

##### *Preparación del poliacrilato de referencia*

En un reactor convencional de 200 l para polimerizaciones radicalarias se introdujeron 3,84 Kg de ácido acrílico, 8,32 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 7,84 Kg de acrilato de metilo, 60 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4). Tras 45 minutos de pasar gas nitrógeno a través de la mezcla en agitación se calentó el reactor hasta 58°C y se añadieron 40 g de 2,2'-azoisobutironitrilo (AIBN). A continuación se calentó el baño exterior a 75°C y la reacción se llevó a cabo constantemente a esta temperatura externa. Tras 1 h de reacción se añadieron otra vez 40 g de AIBN. La reacción se interrumpió a las 48 h y se enfrió hasta temperatura ambiente.

##### *Irradiación UV*

Para la radiación UV se utilizó un aparato UV de la firma Eltosch, el cual va provisto de una lámpara UV de Hg de media presión, con una intensidad de 120 W/cm. Las muestras se pasaron por el aparato a una velocidad de 20 m/min. Para aumentar la dosis de radiación las muestras se irradiaron en varias pasadas.

La dosis de UV registrada se expresa en J/cm<sup>2</sup>.

#### 35 Ejemplo I/1

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Esacure KIP 150® (de la firma Lamberti) y a continuación se concentró en una extrusora de un solo husillo (de la firma Berstorff). El número de vueltas del husillo fue de 160 rpm y se trabajó a un caudal de 55 Kg/h. Para concentrar se hizo el vacío en 3 domos diferentes. Las depresiones fueron respectivamente de 130 mbar, 75 mbar y 60 mbar, haciendo el vacío más bajo en el primer domo. La temperatura de salida del producto fundido concentrado fue de 130°C. Para el recubrimiento, la masa fundida se aplicó mediante una boquilla de ranura ancha (de la firma Pröls). Tras temperarla a 120°C durante 48 h, se aplicó sobre una lámina de PET de 23 µm de grosor, imprimada con Saran. El gramaje de masa aplicado fue de 50 g/m<sup>2</sup>. Luego se irradió la muestra de cinta adhesiva con el aparato de UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B. Para comprobar las propiedades técnicas de adhesión se usaron los métodos de ensayo A y C.

#### Ejemplo I/1a

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Speedcure ITX® (de la firma Rahn) y seguidamente se procedió de modo análogo al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

#### Ejemplo I/1b

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Irgacure 819® (de la firma Ciba Geigy) y luego se procedió de manera análoga al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

#### Ejemplo I/1c

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Irgacure 651® (de la firma Ciba Geigy) y luego se procedió de manera análoga al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

## ES 2 273 906 T3

### Ejemplo I/1d

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Irgacure 184<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy) y luego se procedió de manera análoga al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

### Ejemplo I/1e

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Irgacure 369<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy) y luego se procedió de manera análoga al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

### Ejemplo I/1f

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Speedcure BMDS<sup>®</sup> (de la firma Rahn) y seguidamente se procedió de modo análogo al ejemplo I/1. La muestra de cinta adhesiva se irradió con el aparato UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B.

### Ejemplo I/2

En un reactor convencional de 200 l para polimerizaciones radicalarias se introdujeron 4,8 Kg de ácido acrílico, 3,2 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 9,6 Kg de acrilato de metilo, 62,4 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4). Tras 45 minutos de pasar gas nitrógeno a través de la mezcla bajo agitación se calentó el reactor hasta 58°C y se añadieron 40 g de 2,2'-azoisobutironitrilo (AIBN). A continuación se calentó el baño exterior a 75°C y la reacción se llevó a cabo constantemente a esta temperatura externa. Tras 1 h de reacción se añadieron otra vez 40 g de AIBN. La reacción se interrumpió a las 48 h y se enfrió hasta temperatura ambiente.

La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5% en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y a continuación se concentró en una extrusora de un solo husillo (de la firma Berstorff). El número de vueltas del husillo fue de 160 rpm y se trabajó a un caudal de 60 Kg/h. Para concentrar se hizo el vacío en 3 domos diferentes. Las depresiones fueron respectivamente de 160 mbar, 100 mbar y 65 mbar, estableciendo el vacío más bajo en el primer domo. La temperatura de salida del producto fundido concentrado fue de 130°C. Para el recubrimiento, la masa fundida se aplicó mediante una boquilla de ranura ancha (de la firma Pröls). Después de temperarla a 120°C durante 48 h, se aplicó sobre una lámina de PET de 23  $\mu\text{m}$  de grosor, imprimada con Saran. El gramaje de masa aplicado fue de 50 g/m<sup>2</sup>. Luego se irradió la muestra de cinta adhesiva con el aparato de UV. La correspondiente dosis irradiada figura en la tabla. Para determinar la eficacia de la reticulación se aplicó en cada caso el método de ensayo B. Para revisar las propiedades técnicas de adhesión se usaron los métodos de ensayo A y C.

### Ejemplo I/3

Se procedió de manera análoga al ejemplo I/2. En la polimerización se usaron 4,8 Kg de ácido acrílico, 6,4 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 12 Kg de acrilato de metilo, 62,4 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4).

### Ejemplo I/4

Se procedió de manera análoga al ejemplo I/2. En la polimerización se usaron 1,2 Kg de ácido acrílico, 6,4 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 0,8 Kg de anhídrido maleico, 35,8 Kg de acrilato de n-butilo, 35,8 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4).

### Ejemplo I/5

Se procedió de manera análoga al ejemplo I/2. En la polimerización se usaron 0,4 Kg de ácido acrílico, 6,4 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 0,8 Kg de anhídrido maleico, 72,4 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4).

## ES 2 273 906 T3

### Ejemplo I/6

Se procedió de manera análoga al ejemplo I/2. En la polimerización se utilizaron 8 Kg de ácido acrílico, 72 Kg de acrilato de 2-etilhexilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (96:4).

### Parte II

*Adición de Esacure KIP 150<sup>®</sup> y Genomer<sup>®</sup>*

#### *Preparación del poliacrilato*

En un reactor convencional de 200 l para polimerizaciones radicalarias se introdujeron 0,8 Kg de ácido acrílico, 6,4 Kg de N-terc.-butilacrilamida, 0,8 Kg de anhídrido maleico, 36 Kg de acrilato de 2-etilhexilo, 36 Kg de acrilato de n-butilo y 60 Kg de acetona/isopropanol (97:3). Tras 45 minutos de pasar gas nitrógeno a través de la mezcla en agitación se calentó el reactor hasta 58°C y se añadieron 40 g de 2,2'-azoisobutironitrilo (AIBN). A continuación se calentó el baño exterior a 75°C y la reacción se llevó a cabo constantemente a esta temperatura externa. Tras 1 h de reacción se añadieron otros 40 g de AIBN. La reacción se interrumpió a las 48 h, se enfrió hasta temperatura ambiente y por último se agregaron 0,8 Kg de Genomer 4212<sup>®</sup> (de la firma Rahn).

#### *Irradiación UV*

Para la radiación UV se utilizó un aparato UV de la firma Eltosch, el cual va provisto de una lámpara UV de Hg de media presión, con una intensidad de 120 W/cm. Las muestras se pasaron por el aparato a una velocidad de 20 m/min. Para aumentar la dosis de radiación las muestras se irradiaron en varias pasadas.

### Ejemplo II/1

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT) y 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y a continuación se concentró en una extrusora de un solo husillo de la firma Berstorff. El número de vueltas del husillo fue de 160 rpm y se trabajó a un caudal de 60 Kg/h. Para concentrar se hizo el vacío en 3 domos diferentes. Las depresiones fueron respectivamente de 160 mbar, 70 mbar y 55 mbar. La temperatura de salida del producto fundido concentrado fue de 110°C. A continuación, mediante una extrusora de doble husillo en contra-carrera de la firma Welding, se mezcló con 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn), respecto al polímero, a una velocidad de 320 rpm. Para el recubrimiento, la masa fundida se aplicó con una boquilla de ranura ancha de la firma Pröls sobre una lámina de PET de 23 µm de grosor, imprimada con Saran. El gramaje de masa aplicado fue de 100 g/m<sup>2</sup>. Luego se irradió la muestra de cinta adhesiva mediante el aparato de UV en 2 y 4 pasadas. Para determinar los datos técnicos de adhesión se usaron los métodos de ensayo A y B.

#### Ejemplo II/1a

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT), 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 1,0 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn). Seguidamente se procedió de modo análogo al ejemplo II/1. La mezcla se gelificó en el proceso de elaboración del producto fundido (hotmelt) y ya no se pudo utilizar.

#### Ejemplo II/1b

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT), 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y a continuación se procedió de modo análogo al ejemplo II/1.

#### Ejemplo II/1c

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT), 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,5 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn). La mezcla se gelificó en el proceso de elaboración del producto fundido (hotmelt) y ya no se pudo utilizar.

### Ejemplo II/2

(De referencia)

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT) y 0,5 partes en peso de Speedcure ITX<sup>®</sup> (de la firma Rahn) y a continuación se concentró en una extrusora de un solo husillo de la firma Berstorff. El número de vueltas del husillo fue de 160 rpm y se trabajó a un caudal de 60 Kg/h. Para concentrar

## ES 2 273 906 T3

se hizo el vacío en 3 domos diferentes. Las depresiones fueron respectivamente de 160 mbar, 70 mbar y 50 mbar. La temperatura de salida del producto fundido concentrado fue aproximadamente de 113°C. Para el recubrimiento, la masa fundida se aplicó con una boquilla de ranura ancha de la firma Pröls. Después de temperarla 1 h a 140°C se aplicó sobre una lámina de PET de 23  $\mu\text{m}$  de espesor, imprimada con Saran. El gramaje de masa aplicado fue de 100 g/m<sup>2</sup>. Luego, la muestra de cinta adhesiva se irradió mediante el aparato de UV en 2 y 4 pasadas. Para determinar los datos técnicos de adhesión se utilizaron los métodos de ensayo A y B.

### Ejemplo II/3

10 (De referencia)

15 La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT), 0,5 partes en peso de Speedcure ITX<sup>®</sup> (de la firma Rahn) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn). Se procedió de manera análoga al ejemplo II/1.

### Ejemplo II/4

20 (De referencia)

La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT) y 0,5 partes en peso de Irgacure 819<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/2.

### Ejemplo II/5

(De referencia)

30 La masa autoadhesiva se mezcló con 30 partes en peso de Resina DT 110<sup>®</sup> (de la firma DRT), 0,5 partes en peso de Irgacure 819<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

### Ejemplo II/6

35 La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

### Ejemplo II/7

(De referencia)

45 La masa autoadhesiva se mezcló con 0,5 partes en peso de Speedcure ITX<sup>®</sup> (de la firma Rahn) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

### Ejemplo II/8

50 La masa autoadhesiva se mezcló con 25 partes en peso de Piccotex 75<sup>®</sup>, 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

### Ejemplo II/9

55 La masa autoadhesiva se mezcló con 25 partes en peso de Piccotex 75<sup>®</sup> (de la firma Hercules), 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,3 partes en peso de Genomer 5275<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

### Ejemplo II/10

65 La masa autoadhesiva se mezcló con 25 partes en peso de Piccotex 75<sup>®</sup> (de la firma Hercules), 0,5 partes en peso de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,3 partes en peso de Genomer 5292<sup>®</sup> (de la firma Rahn), y a continuación se procedió de manera análoga al ejemplo II/3.

## ES 2 273 906 T3

### Resultados

Para demostrar la eficiencia del Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) se probaron comparativamente distintos fotoiniciadores de UV alternativos. Los Irgacure 819<sup>®</sup>, 651<sup>®</sup> y 184<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy) son sistemas estándar para la reticulación de poliacrilatos por UV. El Speedcure ITX<sup>®</sup> (de la firma Rahn) está considerado como fotoiniciador extremadamente reactivo y por lo tanto también se ensayó comparativamente. Los resultados de estos ensayos están resumidos en la tabla 1.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabla 1		
Ejemplo	Radiación UV; número de pasadas	Valor de gel [%]
I/1	0	0
I/1	1	35
I/1	2	74
I/1a	0	0
I/1a	1	9
I/1a	2	26
I/1b	0	0
I/1b	1	3
I/1b	2	5
I/1c	0	0
I/1c	1	5
I/1c	2	12
I/1d	0	0
I/1d	1	9
I/1d	2	16
I/1e	0	0
I/1e	1	1
I/1e	2	3
I/1f	0	0
I/1f	1	14
I/1f	2	30

## ES 2 273 906 T3

Con el fotoiniciador Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) (ejemplo I/1) se alcanzaron claramente los mejores resultados. Ya con dosis muy bajas se pudieron lograr valores de gel muy elevados, de manera que este fotoiniciador es muy adecuado para reticular adhesivos de poliacrilato puros sensibles a la presión. Por tanto, en comparación con los otros fotoiniciadores se necesita una inversión en radiación industrial considerablemente menor (número de lámparas UV), lo que hace el proceso mucho más ventajoso.

Además se desprende de la tabla 1 que algunos foto-iniciadores no tienen casi ningún efecto en la reticulación de los poliacrilatos y que entre los procesos de reticulación iniciados con Esacure KIP 150<sup>®</sup> y los otros sistemas es muy grande la diferencia de valores de gel alcanzables al final de la reticulación. Por lo tanto el aumento de eficiencia es importante.

También es sabido que la baja volatilidad de los fotoiniciadores representa un problema para el proceso de termofusión (hotmelt). Con el uso del oligómero KIP 150 se reduce claramente esta volatilidad gracias a su peso molecular elevado, lo cual es una ventaja adicional del método según la presente invención respecto a la capacidad de elaboración del producto fundido.

Para demostrar en general la posibilidad de empleo en las masas termofusibles de acrilato, se prepararon varios poliacrilatos mezclados con Esacure KIP 150<sup>®</sup> y a continuación se analizaron sus propiedades técnicas de adherencia, sobre todo para el uso posterior como cinta adhesiva.

Los resultados de las comprobaciones técnicas de la adherencia de los poliacrilatos reticulados por UV se hallan representados en la tabla 2.

Ejemplo	Radiación UV; número de pasadas	RCZ TA, 10 N [min]	FA-acero, [N/cm]	Valor de gel [%]
I/1	2	+ 10000	5,1	74
I/2	2	+ 10000	4,8	75
I/3	2	+ 10000	4,6	76
I/4	2	6780	5,2	74
I/5	2	2450	5,6	72
I/6	2	+ 10000	4,7	68

RCZ: resistencia al cizallamiento  
 TA: temperatura ambiente  
 FA: fuerza de adherencia

Los resultados de la tabla 2 demuestran que pueden reticularse eficazmente diversas masas autoadhesivas de poliacrilato puro y saturado, sin adiciones de Esacure KIP 150<sup>®</sup>. Para las masas autoadhesivas polares de acrilato se logra una cohesión muy buena. Los valores de gel son de aproximadamente un 70%, tras 2 pasadas de irradiación UV. La combinación de buena termoestabilidad y baja volatilidad debida al alto peso molecular medio proporciona una clara ventaja frente a los fotoiniciadores convencionales.

Para mostrar la eficacia de la combinación formada por el Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y la poliamina Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn) se probaron comparativamente varios fotoiniciadores UV alternativos. El Irgacure 819<sup>®</sup> (de la firma Ciba Geigy) es el sistema estándar para la reticulación UV de los poliacrilatos. El Speedcure ITX<sup>®</sup> (de la firma Rahn) se considera un fotoiniciador extremadamente reactivo y por lo tanto también se incluyó en el ensayo comparativo. Los ejemplos de referencia se llevaron a cabo respectivamente con y sin el acelerante Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn). En la tabla 1 se resumen los resultados de estos ensayos.

## ES 2 273 906 T3

Tabla 1			
Ejemplo	N° de pasadas para la irradiación UV	Valor de gel [%]	RCZ TA, 10 N [min]
5	II/1	0	19
10	II/1	2	+ 10000
	II/1	4	+ 10000
15	II/1b	0	0
	II/1b	2	342
20	II/1b	4	485
	II/2	0	34
25	II/2	2	175
	II/2	4	264
30	II/3	0	15
	II/3	2	1478
	II/3	4	7640
35	II/4	0	28
	II/4	2	134
40	II/4	4	235
	II/5	0	18
45	II/5	2	127
	II/5	4	376
RCZ: resistencia al cizallamiento			
TA: temperatura ambiente			

55 Los mejores resultados se obtuvieron empleando como sistema iniciador la combinación de Esacure KIP 150<sup>®</sup> (de la firma Lamberti) y 0,3 partes en peso de Genomer 5248<sup>®</sup> (de la firma Rahn) conforme a la presente invención. Tras 2 pasadas de UV ya se alcanzó un valor de gel del 10%, que proporciona al sistema una alta resistencia al cizallamiento. Sin embargo la mezcla con proporciones demasiado elevadas de acelerante amínico desencadenó una gelificación mediante los grupos de ácido carboxílico, de modo que los efectos sinérgicos entre el iniciador y el acelerante amínico solo pueden aprovecharse para un porcentaje en peso del Genomer 5248<sup>®</sup> < 0,5 y > 0.

60 Los otros dos sistemas iniciadores (Irgacure 819<sup>®</sup> y Speedcure ITX<sup>®</sup>) son bastante menos reactivos y requieren una dosis de radiación UV mucho mayor. Además la adición de una sustancia acelerante es esencial, si no, en condiciones estándar no se inicia prácticamente ninguna reticulación.

65 Los resultados de los ensayos técnicos de adhesión para los poliacrílatos puros (ejemplos II/6 y II/7) están representados en la tabla 2.

ES 2 273 906 T3

Tabla 2			
Ejemplo	N° de pasadas para la irradiación UV	Valor de gel [%]	RCZ TA, 10 N [min]
II/6	0	29	1588
II/6	2	76	505
II/6	4	79	448
II/7	0	29	1256
II/7	2	67	908
II/7	4	76	292
RCZ: resistencia al cizallamiento			
TA: temperatura ambiente			

Los resultados de la tabla 2 demuestran que los sistemas de poliacrilato puros también pueden reticularse de manera eficiente con la combinación fotoiniciador/acelerante de la presente invención. La comparación de Esacure KIP 150® con Speedcure ITX® también demuestra una mayor eficiencia del KIP 150® para los poliacrilatos puros. Concretamente, a una dosis de radiación menor, el Esacure KIP 150® es más reactivo que el Speedcure ITX®, lo cual se pone de manifiesto mediante un incremento más rápido del valor de gel. En lo referente a la resistencia al cizallamiento, los sistemas de poliacrilato puros ya quedan sobrerreticulados con una irradiación relativamente baja, de manera que todas las muestras irradiadas en la tabla 2 fallan en adhesión y por tanto los valores medidos son bastante bajos.

Los resultados de los ensayos técnicos de adhesión de los ejemplos II/8 hasta II/10 están representados en la tabla 3.

Tabla 3			
Ejemplo	N° de pasadas para la irradiación UV	Valor de gel [%]	RCZ TA, 10 N [min]
II/8	0	0	122
II/8	2	11	2354
II/8	4	18	6759
II/9	0	0	134
II/9	2	12	2183
II/9	4	20	7140
II/10	0	0	98
II/10	2	13	2542
II/10	4	22	8025
RCZ: resistencia al cizallamiento			
TA: temperatura ambiente			

## ES 2 273 906 T3

Los ejemplos II/8 hasta II/10 demuestran que otras masas autoadhesivas termofusibles de poliacrilato mezcladas con resinas también pueden reticularse eficientemente con la combinación de la presente invención, formada por acelerante y el fotoiniciador Esacure KIP 150<sup>®</sup>, sin que la acción reguladora de las resinas durante la reticulación afecte mucho a este proceso. En todos los casos la cohesión de la masa auto-adhesiva aumenta fuertemente mediante la radiación UV y los valores alcanzados con 4 pasadas se hallan en el intervalo de la reticulación óptima. Los ejemplos II/8 hasta II/10 también demuestran que se pueden usar distintos acelerantes.

En resumen puede constatarse que mediante el método según la presente invención se dispone inesperadamente de un sistema termofusible de acrilato reticulable, que es extremadamente estable y posee un tiempo de aplicación muy elevado. Con ello se dispone de un método de reticulación eficiente para sistemas saturados, incluso en presencia de aditivos, de resinas y similares. Al contrario que en los sistemas preparados mediante reacciones de tipo polimérico, no tiene lugar ninguna reacción de gelificación.

Mediante la adición de aminoacrilatos (oligómeros) poco antes de la aplicación puede mejorarse aún más la reticulación.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

## REIVINDICACIONES

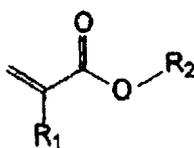
5 1. Método para preparar una masa autoadhesiva de poliacrilato mediante un proceso de termofusión, **caracterizado** porque al polímero por reticular se le agrega un agente  $\alpha$ -disociable polifuncional en forma oligómera, antes de elaborar en el proceso de termofusión, y la reticulación UV se efectúa tras la elaboración en el proceso de termofusión.

10 2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque como agente  $\alpha$ -disociable se utiliza una  $\alpha$ -hidroxiketona, en concreto oligo [2-hidroxi-2-metil-1-[4-(1-metilvinil)fenil]-propanona].

15 3. Método según al menos una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque el agente  $\alpha$ -disociable se emplea en una proporción del 0,25 hasta el 1% en peso, respecto al polímero a reticular.

15 4. Método según al menos una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque, para preparar el polímero que debe reticularse, se emplea una mezcla de monómeros que contiene al menos los siguientes componentes

a) 65 hasta 100% en peso de ácido (met)acrílico y derivados de ácido (met)acrílico de la fórmula general



donde  $R_1 = H$  o  $CH_3$  y  $R_2$  es una cadena alquilo de 2 hasta 20 átomos de C,

b) 0 hasta 35% en peso de compuestos vinílicos con grupos funcionales,  
30 de tal manera que la suma de todos los componentes empleados es igual al 100% en peso.

35 5. Método según al menos una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque al polímero que debe reticularse se le agrega asimismo 0,5 hasta 40% en peso de una o varias resinas y/o 0,1 hasta 0,3% en peso de uno o varios aminoacrilatos - sobre todo oligoméricos - referido respectivamente al polímero por reticular.

40 6. Método según al menos una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la reticulación UV se efectúa por radiación ultravioleta de corta duración, en una región de longitud de onda de 200 hasta 400 nm, empleando sobre todo lámparas de mercurio de presión alta o media, con una potencia de 80 hasta 200 W/cm.

45 7. Empleo de un agente  $\alpha$ -disociable polifuncional en forma oligómera, sobre todo de una  $\alpha$ -hidroxiketona, en concreto de oligo [2-hidroxi-2-metil-1-[4-(1-metilvinil)fenil]-propanona] como iniciador UV para reticular las masas autoadhesivas de poliacrilato que pasan por el proceso de termofusión.

50

55

60

65