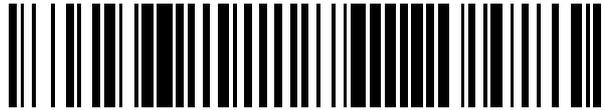


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 402 107**

51 Int. Cl.:

C08G 18/83 (2006.01)

C08G 18/10 (2006.01)

C09J 175/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.02.2010 E 10703898 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2013 EP 2403891**

54 Título: **Uso de una masa autoadhesiva**

30 Prioridad:

04.03.2009 DE 102009011167

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

29.04.2013

73 Titular/es:

**TESA SE (100.0%)
Quickbornstrasse 24
20253 Hamburg, DE**

72 Inventor/es:

UTESCH, NILS

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 402 107 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

Uso de una masa autoadhesiva

- 5 La presente invención se refiere al uso de una masa autoadhesiva (masa adhesiva sensible a la presión) para el pegado de componente ópticos, en especial de láminas ópticas, según la reivindicación 1.

10 Las masas autoadhesivas se destinan actualmente a múltiples usos. En el ámbito industrial existen por ejemplo las más diversas utilidades. En número especialmente elevado se están empleando cintas adhesivas basadas en masas autoadhesivas en el sector de la electrónica o en el sector de la electrónica de bienes de consumo. Debido al elevado número de piezas, las cintas autoadhesivas pueden procesarse con gran rapidez y facilidad, de modo que otros procesos, p.ej. el remachado o la soldadura, resultarían demasiado caros. Aparte de la función normal de unión, estas cintas autoadhesivas pueden asumir eventualmente otras funciones. Tal puede ser p.ej. la conductividad térmica, la conductividad eléctrica o incluso una función óptica. En el último caso se emplean p.ej. cintas autoadhesivas que tienen funciones de absorción de la luz o de reflexión de la luz. Otra función óptica consiste por ejemplo en la transmisión adecuada de la luz. Para ello se emplean cintas autoadhesivas y masas autoadhesivas muy transparentes, que no presentan ninguna coloración propia y además son muy estables a la luz.

20 En muchos casos, la masa autoadhesiva para fines ópticos tiene la función de unir y además la función de excluir el aire, ya que el aire tiene un índice de refracción de 1 y las láminas o vidrios ópticos tienen por lo general un índice de refracción mucho mayor. La diferencia de índices de refracción provoca una reflexión en la zona de transición del aire al componente óptico, dicha reflexión reduce la transmisión. Un método para solucionar este problema consiste en aplicar recubrimientos antirreflectantes, que facilitan la transición de la luz hacia el componente óptico y reducen la reflexión. Como alternativa o como complemento puede utilizarse una masa autoadhesiva óptica, que tenga un índice de refracción similar al que tiene el componente óptico. De este modo se reduce en gran manera la reflexión en el componente óptico y se aumenta la transmisión.

30 Una aplicación típica son p.ej. el pegado de paneles táctiles (touch panel) sobre la pantalla LCD o la pantalla OLED o el pegado de láminas ITO (óxido de indio-estaño, indium tin oxide) en el caso de paneles táctiles capacitivos. En especial el pegado de láminas ITO plantea un reto particular. En este caso se establecen requisitos especiales de neutralidad a la formulación de la masa autoadhesiva. La masa autoadhesiva no debe contener grupos funcionales ácidos, que p.ej. en contacto con las láminas ITO podrían influir negativamente en la conductividad eléctrica en períodos prolongados de servicio. Otra exigencia consiste en el comportamiento de fluidez. En efecto, muchas láminas ITO presentan p.ej. muchas estructuraciones, normalmente microestructuraciones, en su superficie, que tienen que rellenarse con la masa autoadhesiva. Esto debería realizarse sin ocluir burbujas en ellas, porque la oclusión de burbujas reduciría la transmisión.

40 En el documento JP 2003 292928 A se describe la utilización de una cinta autoadhesiva de poliuretano sililado para láminas ópticas, que se emplean en los LCD y tienen una transparencia elevada. La cinta autoadhesiva de poliuretano sililado se aplica sobre una lámina y después se transfiere a una lámina de PET.

45 Para uniones pegadas transparentes se conoce ya un gran número de masas autoadhesivas acrílicas, que se emplean en el sector óptico. En los documentos US 6,703,463 B2, JP 2002-363523 A o US 2002/0098352 A1 se describen masas autoadhesivas acrílicas, que tienen diferentes índices de refracción. Sin embargo, estas masas adhesivas tienen inconvenientes en lo que concierne a la neutralidad eléctrica con respecto a las láminas ITO.

50 Por lo demás se utilizan incluso masas autoadhesivas de silicona. Estas masas adhesivas se han descrito en EP 1 652 899 B1. Las masas autoadhesivas de silicona empleadas en este caso tienen una fuerza adhesiva escasa y, por ello, no son apropiadas para las uniones pegadas permanentes mencionadas anteriormente. Otras masas autoadhesivas de silicona se han descrito también en US 2006/008662 A1. Las masas autoadhesivas aquí descritas tienen también una fuerza adhesiva escasa, de modo que no son apropiadas para uniones pegadas permanentes.

55 Sigue habiendo, pues, demanda de masas autoadhesivas ópticas mejoradas, que no tengan los inconvenientes descritos previamente. La masa adhesiva apropiada debería tener una gran transparencia óptica y una gran estabilidad a la luz UV. Para la aplicación preferida del pegado de sustratos conductores eléctricamente, en especial de láminas ITO, la masa adhesiva debería tener un comportamiento inerte.

60 La presente invención soluciona el problema antes descrito con el uso de una masa autoadhesiva basada en poliuretanos sililados para el pegado de piezas o componentes ópticos, en especial de láminas ópticas, dicha masa autoadhesiva se basa en los componentes o ingredientes siguientes:

- 65 a) un polímero de uretano, generado a partir de isocianatos di- o polifuncionales (NCO) y alcoholes di- o polifuncionales (OH), situándose la proporción NCO/OH en un valor <1 o bien >1 , que está funcionalizado por lo menos con un grupo $\text{Si}(\text{OR})_{3-x}$, en el que R un resto alquilo o acilo y x es el número 0 ó 1,
 b) un catalizador organometálico del grupo III, IV o V del Sistema Periódico

- c) una cantidad catalíticamente suficiente de agua,
 d) una resina de organopolisiloxano de la fórmula: $(R^1_3SiO_{1/2})_y(SiO_{4/2})_1$,

5 en la que R^1 significa un grupo hidrocarburo monovalente, sustituido o sin sustituir, un átomo de hidrógeno o un grupo hidroxilo e "y" es un número entre 0,5 y 1,2, o una resina de pegajosidad basada en terpenos, terpeno-fenoles, cumarenos, indenos o hidrocarburos que tengan un punto de reblandecimiento entre 80 y 150°C,
 e) opcionalmente otros aditivos o cargas de relleno, y

10 dicha masa autoadhesiva tiene una transmisión según norma ASTM D 1003 superior al 86 % y una turbidez o neblina (haze) según norma ASTM D 1003 inferior al 5 % y la masa autoadhesiva se proporciona en forma de cinta adhesiva, que tiene por lo menos una capa adhesiva de un grosor comprendido entre 100 y 250 μm . Las formas de ejecución preferidas y los desarrollos posteriores son objeto de las correspondientes reivindicaciones secundarias.

15 Según la invención se ha encontrado que pueden utilizarse con ventaja las masas autoadhesivas de poliuretano (PU) sililado, reticulables por acción de la humedad. Las masas adhesivas de PU sililado están libres de grupos isocianato y se reticulan a través de los enlaces Si-O-Si, que son muy estables. Gracias a esta redícula estable, las cintas adhesivas de poliuretano sililado se caracterizan por su resistencia química a los disolventes, al agua, a los ácidos y las lejías (hidróxidos alcalinos). Por consiguiente, la estabilidad a la intemperie es también elevada en lo
 20 que respecta a la humedad del aire, al ozono y a la luz UV. La redícula Si-O-Si muy resistente garantiza además una gran estabilidad térmica y resistencia al cizallamiento.

Con las masas autoadhesivas de PU sililado se pueden conseguir en especial las propiedades requeridas para las aplicaciones ópticas. En efecto, estas masas adhesivas tienen en cada caso una transmisión luminosa según la
 25 norma ASTM D 1003 superior al 86 % y una neblina (haze) inferior al 5 % y por ello son adecuadas en especial para pegar piezas o componentes ópticos. Gracias a sus buenas propiedades cohesivas y adhesivas, estas masas adhesivas son apropiadas en especial para el pegado de objetos flexibles, por ejemplo láminas. El valor de la neblina (haze) es un índice de la turbidez de una sustancia. Un valor de turbidez elevado significa una visibilidad escasa a través de la sustancia en cuestión. La transmisión a la luz se sitúa con preferencia en especial en un valor superior
 30 al 88 % cuando se mide con una luz de longitud de onda 550 nm.

Las masas autoadhesivas basadas en PU sililado ya son conocidas de por sí y son productos comerciales; el estado de la técnica se ha documentado entre otros con los documentos siguientes: US 2007/129527 A1; US 2008/0058492 A1; WO 2006/118766 A1; JP 2003 292928 A.

35 Las masas adhesivas de poliuretano sililado se fabrican en un proceso de 2 pasos. Se genera un prepolímero de uretano de peso molecular elevado mediante una reacción de isocianatos (NCO) di- o polifuncionales adecuados con polioles (OH) apropiados. Este prepolímero puede estar terminado en grupos funcionales isocianato o hidroxilo dependiendo de si la proporción NCO/OH inicial es >1 ó <1 . Dependiendo del prepolímero elegido y de su terminación, este podrá reaccionar con un trialcóxilano provisto de grupos amino o isocianato. Como disolventes se emplean con preferencia ésteres o cetonas, para conseguir una masa de poliuretano sililado de peso molecular lo más elevado posible. Dado que el agua es el factor clave para la reticulación de estas masas adhesivas, debería elegirse con preferencia un disolvente que tuviera una solubilidad suficiente en agua, tanto para la fabricación de la masa adhesiva de poliuretano sililado, como para su reticulación posterior. La reticulación tiene lugar en un proceso de 2 pasos.
 45 En primer lugar se hidrolizan los silanos alcóxilados (Si-OR) formándose los silanoles (Si-OH), que seguidamente se someten a una reacción de condensación, formándose los enlaces Si-O-Si, que son muy estables. Los catalizadores ya conocidos de la química de los poliuretanos aceleran adicionalmente esta reacción. Para conseguir las propiedades adhesivas técnicas requeridas se añaden a las masas adhesivas como posible componente d) las resinas llamadas MQ que tienen la siguiente fórmula $(R^1_3SiO_{1/2})_x(SiO_{4/2})_1$. Se denominan unidad M las unidades $(R^1_3SiO_{1/2})$, mientras que la unidad Q significa las unidades $(SiO_{4/2})$. Como alternativa las resinas MQ pueden utilizarse para aumentar la capacidad adhesiva las resinas convencionales, ya conocidas en la industria de los adhesivos, como son las resinas terpénicas, terpeno-fenólicas, de cumareno, de indeno o de hidrocarburos.

Masa adhesiva

55 La masa adhesiva a utilizar se basa en los componentes siguientes:

- a) un polímero de uretano, generado a partir de isocianatos (NCO) di- o polifuncionales y de alcoholes (OH) di- o polifuncionales, pudiendo la proporción NCO/OH situarse no solo en un valor <1 sino también en un valor >1 , el polímero de uretano estará funcionalizado por lo menos con un grupo $Si(OR)_{3-x}$, en el que R es un resto alquilo o acilo y x puede ser el número 0 ó 1,
 b) un catalizador organometálico de los grupos III, IV o V del Sistema Periódico
 c) una cantidad catalíticamente suficiente de agua,
 d) una resina de organopolisiloxano de la fórmula: $(R^1_3SiO_{1/2})_y(SiO_{4/2})_1$, en la que R^1 significa un grupo hidrocarburo monovalente, sustituido o sin sustituir, un átomo de hidrógeno o un grupo hidroxilo e "y" significa un número entre 0,5
 65

y 1,2, o una resina de pegajosidad basada en terpenos, terpeno-fenoles, cumarenos, indenos o hidrocarburos que tengan un punto de reblandecimiento entre 80 y 150°C,
e) opcionalmente otros aditivos o cargas de relleno.

- 5 Para conseguir las propiedades técnico-adhesivas requeridas se añaden a las formulaciones descritas como posible componente d) las llamadas resinas MQ de la fórmula $(R^1_3SiO_{1/2})_y(SiO_{4/2})_1$. Se denominan unidades M las unidades $(R^1_3SiO_{1/2})$, mientras que la unidad Q son las unidades $(SiO_{4/2})$. Cada R^1 con independencia de su aparición indica un grupo hidrocarburo saturado monovalente, un grupo hidrocarburo insaturado monovalente, un grupo hidrocarburo halogenado monovalente, un átomo de hidrógeno o un grupo hidroxilo. La proporción entre las unidades M y las unidades Q (M:Q) se sitúa con preferencia en el intervalo de 0,5 a 1,2.

10 Las resinas MQ son con ventaja las que tienen un peso molecular ponderal medio M_w de $500 \text{ g/mol} \leq M_w \leq 100.000 \text{ g/mol}$, con preferencia de $1.000 \text{ g/mol} \leq M_w \leq 25.000 \text{ g/mol}$, los datos del peso molecular ponderal medio M_w de este documento se refieren a la determinación por cromatografía de infiltración a través de gel (véase la parte experimental).

15 Ha demostrado ser favorable que se utilicen masas adhesivas, en las que la proporción de cantidades, referida al porcentaje en peso, entre la masa adhesiva de PU sililado y la resina MQ se sitúe en el intervalo comprendido entre 10:90 y 90:10, con preferencia en el intervalo comprendido entre 40:60 y 90:10.

20 Las resinas MQ son productos comerciales. Cabe mencionar aquí a título de ejemplo las resinas: SL 160, SL 200, DC 2-7066 de Dow Corning, SR 545, SR 1000,6031 SL de Momentive Performance Materials, CRA 17, CRA 42, MQ-Harz 803 de Wacker. Como componente d) alternativo se utilizan las resinas ya conocidas en la industria de los adhesivos, por ejemplo las resinas de terpeno, de terpeno-fenol, de cumareno, de indeno o de hidrocarburos, para aumentar el poder adhesivo. Es especialmente ventajoso el uso de resinas que tengan un intervalo de reblandecimiento de 80 a 150°C. A título ilustrativo cabe mencionar en este punto las resinas: KE-311 de Arakawa Technical Industries y Kristalex F85, Kristalex F 100 y Kristalex 115 de Eastman Chemical Company.

25 Otros componentes de la mezcla

30 Otros aditivos típicos que pueden utilizarse son:

- antioxidantes primarios, por ejemplo fenoles impedidos estéricamente
- antioxidantes secundarios, por ejemplo fosfitos o tioéteres
- 35 - estabilizadores de proceso, por ejemplo capturadores de radicales C
- filtros de protección a la luz, por ejemplo absorbentes UV o aminas impedidas estéricamente
- auxiliares de transformación,
- cargas de relleno, por ejemplo dióxido de silicio, vidrio (molido o en forma de esferillas), óxidos de aluminio u óxidos de cinc, teniendo en cuenta que las cargas de relleno tendrán que molerse muy finamente, para que óptica-
- 40 mente no sean visibles,
- plastificantes, por ejemplo resinas líquidas, aceites plastificantes o polímeros líquidos de peso molecular bajo, por ejemplo polibutenos de peso molecular bajo, inferior a $< 1500 \text{ g/mol}$ (numérico)

45 La pegajosidad de la masa autoadhesiva puede generarse opcionalmente por activación térmica o por activación con disolventes.

Además de la reticulación de los grupos terminales trialcóxisililo (Si-OR) catalizada con agua, estas masas adhesivas pueden reticularse también con radiación actínica, es especial con radiación electrónica. Para ello en primer lugar se eliminan los disolventes del recubrimiento en solución a una temperatura de 70-100°C y un tiempo de residencia por lo menos de 1,5 minutos. A continuación se reticula aplicando una dosis de radiación electrónica por lo menos de 10 kGy. Este tipo de reticulación es especialmente ventajoso, porque la cohesión puede ajustarse de modo prácticamente continuo (sin escalones), sin influir negativamente en propiedades tales como la pegajosidad (tack) o la adhesión.

50 Otros detalles, finalidades, características y ventajas de la presente invención se ilustran seguidamente con mayor detalle mediante ejemplos preferidos de ejecución. En las figuras se representan:

- en la figura 1 se representa una cinta autoadhesiva por una cara,
- en la figura 2 se representa una cinta autoadhesiva por ambas caras,
- 60 en la figura 3 se representa una cinta autoadhesiva sin soporte (cinta adhesiva de transferencia),
- en la figura 4 se representa la unión pegada de una placa de refuerzo del reverso de un panel táctil (touch panel),
- en la figura 5 se representa la unión pegada de las diversas capas de un panel táctil.

Estructura del producto

65

En la figura 1 se representa una cinta autoadhesiva por una cara, destinada al pegado de componentes ópticos, en especial de láminas ópticas. La cinta autoadhesiva 1 tiene una capa adhesiva 2, que se fabrica recubriendo un soporte 3 con una masa autoadhesiva ya descrita previamente.

- 5 Para la utilización en el pegado de componentes ópticos se emplea como soporte 2 un soporte transparente 2. El soporte 2 es también transparente en la región de la luz visible, es decir, tiene con preferencia un grado de transmisión por lo menos del 86 %.

- 10 Además (aunque no se representa) puede preverse una lámina de separación, que cubre y protege la capa adhesiva 2 antes del uso de la cinta autoadhesiva. La lámina de separación se elimina después, antes del uso de la capa adhesiva 2.

- 15 La estructura de producto representada en la figura 2 muestra una cinta autoadhesiva 1 con un soporte transparente 3, que está recubierto por ambas caras con una masa autoadhesiva y, por lo tanto, presenta dos capas adhesivas.

En esta forma de ejecución hay con preferencia por lo menos una capa adhesiva 2 y una lámina de separación. Cuando la cinta adhesiva está enrollada, esta lámina de separación puede cubrir eventualmente también la segunda capa adhesiva 2. Pero es también posible prever varias láminas de separación.

- 20 Por lo demás es también posible prever que la lámina soporte tenga uno o varios recubrimientos. Además, puede dotarse con la masa adhesiva descrita solamente una de las caras de la cinta autoadhesiva, mientras que la segunda capa puede aplicarse otra masa autoadhesiva transparente.

- 25 La estructura de producto representada en la figura 3 muestra una cinta autoadhesiva 1 en forma de cinta adhesiva de transferencia, es decir, una cinta autoadhesiva 1 sin soporte. Para ello se aplica la masa autoadhesiva sobre una cara de la lámina de separación 4 y de este modo se forma una capa autoadhesiva 2. Eventualmente esta capa autoadhesiva 2 se tapa con otra lámina de separación por la segunda cara. En el momento de la utilización de la cinta autoadhesiva se quitan las láminas de separación.

- 30 Como alternativa a las láminas de separación pueden utilizarse por ejemplo papeles de separación o similares. En este caso, la rugosidad superficial del papel de separación tendría que ser reducida, con el fin de poder conseguir una cara de masa autoadhesiva lo más lisa posible.

Láminas soporte

- 35 Como láminas soporte pueden utilizarse un gran número de láminas poliméricas muy transparentes. Pueden utilizarse en particular las láminas PET muy transparentes especiales. Son apropiadas p.ej. las láminas de la empresa Mitsubishi que llevan los nombres comerciales de Hostaphan™ o de la empresa Toray del nombre comercial Lumirror™. Otro tipo muy preferido de los poliésteres son las láminas de poli(tereftalato de butileno).

- 40 Además de las láminas de poliéster pueden utilizarse también las láminas de PVC muy transparentes. Estas láminas pueden contener plastificantes, para aumentar su flexibilidad. Pueden utilizarse también láminas de PC, PMMA o de PS. Aparte del poliestireno puro pueden utilizarse junto con el estireno otros comonomeros, p.ej. el butadieno, para reducir la tendencia a la cristalización.

- 45 Pueden utilizarse como materiales de soporte láminas de polietersulfona o polisulfona. Estas láminas se suministran p.ej. por parte de la empresa BASF con el nombre comercial de Ultrason™ E y Ultrason™ S. Pueden utilizarse igualmente con preferencia especial las láminas de TPU muy transparentes. Estas láminas son productos comerciales p.ej. de la empresa Elastogran GmbH. Pueden utilizarse también láminas muy transparentes de poliamida y de copoliamida y también láminas de poli(alcohol vinílico) y polivinilbutiral.

- 50 Además de las láminas de una sola capa pueden utilizarse también láminas de varias capas, p.ej. las fabricadas por coextrusión. En tal caso pueden combinarse entre sí los materiales poliméricos ya mencionados previamente.

- 55 Las láminas pueden ser objeto de tratamiento. Se pueden realizar p.ej. vaporizaciones y condensaciones sobre ellas, por ejemplo con óxido de cinc, o pueden aplicarse sobre ellas barnices o adherentes. Otro grupo de aditivos posibles es el formado por los agentes de protección UV, que pueden estar presentes en forma de aditivos dentro de la lámina o bien pueden aplicarse sobre ella en forma de capa protectora.

- 60 El grosor de la lámina se situará en una forma preferida de ejecución entre 4 µm y 150 µm, con preferencia especial entre 12 µm y 100 µm.

- 65 La lámina soporte puede tener también por ejemplo un recubrimiento óptico. Como recubrimiento óptico son apropiados en especial los recubrimientos que reducen la reflexión. Esto puede lograrse por ejemplo acortando las diferencias entre los índices de refracción para la transición entre aire y recubrimiento óptico.

Lámina de separación

5 Para proteger la masa (auto)adhesiva descubierta (abierta) se puede tapar con preferencia con una o varias láminas de separación. Además de las láminas de separación puede utilizarse también papeles de separación, aunque no son muy preferidos, p.ej. papeles cristal, papeles separadores de HDPE o LDPE, que en una forma de ejecución tienen una capa siliconada como capa de separación.

Recubrimiento

10 Las masas (auto)adhesivas pueden aplicarse en forma de recubrimiento a partir de una solución. Para el recubrimiento en solución se disuelve la masa (auto)adhesiva en los disolventes habituales, p.ej. tolueno, bencina, heptano, acetato de etilo, acetato de butilo, metiletilcetona, metilisobutilcetona, etc. y seguidamente se aplican a través de una boquilla de recubrir o se extienden con una rasqueta. Es especialmente preferida la producción de masas (auto)adhesivas en solución para evitar la reticulación precoz. Pero puede recurrirse también a cualquiera de los demás procesos de recubrimiento, que permitan la aplicación de recubrimiento en solución.

Uso

20 Las masas (auto)adhesivas y las cintas (auto)adhesivas descritas previamente son adecuadas para la utilización en aplicaciones ópticas, con preferencia en las uniones pegadas permanentes con tiempos de residencia (permanencia) superiores a un mes.

25 Otro campo especialmente preferido de utilización comprende el pegado de paneles táctiles (touch panel) y la producción de paneles táctiles. En la figura 4 se representan las uniones pegadas típicas en paneles táctiles resistivos. Para ello se emplean con preferencia cintas (auto)adhesivas de transferencia, es decir, las que no llevan soporte. La lámina superior (top film) o la placa de rigidez pueden utilizarse también en forma de una cinta (auto)adhesiva por una cara con el soporte correspondiente y pegarse.

30 En la figura 4 se representa un panel táctil 5 que se ha pegado mediante una primera cinta autoadhesiva 1 sobre un sustrato 6, por ejemplo una placa de plástico o una placa de vidrio. Sobre el panel táctil 5 se coloca a continuación una lámina superior 7 mediante una segunda cinta autoadhesiva 1, dicha lámina superior suele llevar una capa antirrayado.

35 En la figura 5 se representan uniones pegadas típicas de paneles táctiles capacitivos. En especial para el pegado de láminas ITO estructuradas 8 se emplean capas autoadhesivas 2, de este modo se consigue una buena humectación de la estructuración.

40 En la figura 5 se representa además la unión pegada de una lámina protectora o de una ventana de teléfono móvil 7, un sustrato 6 como placa de refuerzo del anverso de un panel táctil capacitivo y una pantalla 9 con la masa autoadhesiva descrita. Para ello pueden utilizarse la masa autoadhesiva tal cual o bien en forma de una cinta adhesiva de transferencia, como cinta autoadhesiva por una o incluso por ambas caras, con una lámina soporte.

Métodos de ensayo

45 A. Fuerza adhesiva

50 El ensayo de la resistencia al pelado (fuerza adhesiva) se realiza con arreglo a la norma PSTC-101. Se coloca la cinta adhesiva sobre una placa de vidrio. Se pega una tira de 2 cm de anchura de la cinta adhesiva pasando sobre ella un rodillo de 2 kg que efectúa una pasada de ida y vuelta, tres veces. Se sujeta la placa y se arranca la tira autoadhesiva empezando por su extremo libre con una velocidad de separación de la mordaza del dinamómetro de 300 mm/min y en un ángulo de pelado de 180°. La fuerza de separación en N/cm. En caso de medición de una cinta adhesiva de transferencia, antes del ensayo se quita la lámina de separación que la protege. A continuación se reemplaza esta lámina de separación por una lámina PET de 23 µm de grosor.

55 B. Transmisión

60 La determinación de la transmisión se realiza con luz de una longitud de onda de 550 nm con arreglo a la norma ASTM D1003. La prueba se realiza con la combinación de masa autoadhesiva ópticamente transparente y una placa de vidrio.

C. Neblina (haze)

65 La determinación de la neblina (turbidez) se realiza con arreglo a la norma ASTM D1003.

D. Resistencia a la luz

5 La combinación de masa autoadhesiva y placa de vidrio de una extensión de 4 x 20 cm² se somete a radiación con lámparas Osram Ultra Vitalux 300 W desde una distancia de 50 cm durante 250 h. Después de la irradiación se determina la transmisión con arreglo al método de ensayo C.

E. Ensayo de clima alternante

10 Se aplica la masa autoadhesiva en forma de cinta autoadhesiva por una sola cara (masa aplicada: 50 g/m², lámina PET de 50 µm del tipo Mitsubishi RNK 50) sobre una placa de vidrio sin ocluir burbujas de aire. La tira de ensayo tiene estas dimensiones: anchura 2 cm y longitud 10 cm. Se determina la fuerza adhesiva sobre vidrio con arreglo al método de ensayo A.

15 Se introduce en paralelo una combinación de este tipo en una estufa de clima alternante y se inicia una prueba de 1000 ciclos. Un ciclo consiste en:

- almacenar a -40°C durante 30 minutos
- calentar en 5 minutos a 85°C
- almacenar a 85°C durante 30 minutos
- 20 - enfriar a -40°C en 5 minutos

Después del ensayo del clima alternante se determina de nuevo la fuerza adhesiva según el método de ensayo A.

F. Ensayo de la conductividad eléctrica

25 Se pega la masa autoadhesiva en forma de cinta autoadhesiva por una sola cara sobre una lámina ITO (Elecrysta[®]) de la empresa Nitto Denko. Las dimensiones de la lámina ITO son: 12 cm x 2 cm. La superficie pegada es de 10 cm x 2 cm, de modo que en cada extremo quedan libres en cada caso 1 cm para las mediciones eléctricas. Seguidamente esta combinación de materiales se almacena en una cámara climática a 85°C y una humedad ambiental del 30 20 % durante 500 h. Después puede determinarse la resistencia superficial con arreglo a la norma DIN 53482. A continuación se determina la disminución porcentual por comparación con una lámina ITO que no se haya tratado.

G. Cromatografía de infiltración a través de gel (GPC)

35 Por GPC pueden determinarse los pesos moleculares medios (M_w) de los polímeros. Para determinar los M_w de las resinas MQ se efectúan los ajustes siguientes: eluyente: tolueno; temperatura de ensayo: 23°C; columna previa: PSS-SDV, 5 µm, 10² Å (10 nm), diámetro interior: 8,0 mm x 50 mm; separación: columnas: PSS-SDV, 5 µm, de 10² Å (10 nm) y de 10³ Å (100 nm) y de 10⁶ Å (10⁵ nm), en cada caso con un diámetro interior de 8,0 mm x 300 mm; concentración de la muestra: 3 g/l, caudal: 1,0 ml por minuto; patrones: polidimetilsiloxano).

40 **Ejemplos**

45 Los recubrimientos de aplican en los ejemplos en las máquinas de laboratorio que se emplean normalmente para recubrimientos continuos. El recubrimiento se realiza en una estancia limpia ISO 5 según la norma ISO 14644-1. La anchura de la banda es de 50 cm. El grosor del recubrimiento aplicado puede ajustarse de forma variable entre 0 y 1 cm. La longitud aprox. del túnel de secado es de 12 cm. La temperatura en el interior del túnel de secado puede ajustarse individualmente en sus cuatro zonas y en cada caso puede elegirse libremente entre temperatura ambiente y 180°C.

50 Preparación de las muestras

El recubrimiento de masa autoadhesiva se realiza en solución sobre la lámina de separación. Después del secado y la reticulación, la lámina adhesiva resultante se dobla (se aplica) sobre otra lámina de separación. Para medir la fuerza adhesiva se sustituye la lámina de separación por una lámina de PET de 23 µm de grosor.

55

Producción de la masa adhesiva

60 La masa autoadhesiva PU sililado con disolventes SPUR⁺ 3.0 PSA de la empresa Momentive Performance Chemicals se diluye con acetato de etilo hasta un contenido de sólidos del 35%, se mezcla con resina, un 0,7 % en peso de agua y un 0,02 % en peso de Formrez UL-28 y se agita durante 30 min. A continuación se aplica con rasqueta sobre una lámina de separación. Se seca a 23°C durante 20 min y a 80°C durante 5 min, con lo cual se forma sobre la lámina de separación una capa de masa autoadhesiva de PU sililado seca. Se efectúan aplicaciones de masa (determinadas después del secado) de 50, 100 y 150 g/m² (equivalentes a grosores de capa aprox. de 50, 100 y 150 µm).

ES 2 402 107 T3

ejemplo	resina	resina añadi- da en %	dosis ESH en kGy (voltaje de aceleración = 100 kV)	masa aplica- da en g/m ²	fuerza adhesiva (en- sayo A) en N/cm
1 (no inv.)	-	-	-	50	4,3
2 (no inv.)	-	-	20	50	4,2
3 (no inv.)	-	-	-	100	5,1
4 (no inv.)	-	-	-	150	6,0
5 (no inv.)	DC 2-7066	20	-	50	5,2
6 (no inv.)	DC 2-7066	20	20	50	5,3
7	DC 2-7066	20	-	100	6,2
8	DC 2-7066	20	-	150	6,9
9 (no inv.)	KE-311	30	-	50	4,8
10 (no inv.)	KE-311	30	20	50	4,6
11	KE-311	30	-	100	5,7
12	KE-311	30	-	150	6,5

(n. inv. = no es de la invención)

Preparación del material del ejemplo de referencia 1:

5

Para la polimerización se emplean monómeros, que se han limpiado de estabilizadores. En un reactor de vidrio de 2 l convencional de polimerizaciones por radicales se introducen 32 g de ácido acrílico, 168 g de acrilato de n-butilo, 200 g de acrilato de 2-etilhexilo y 300 g de acetona/isopropanol (en proporción 97:3). Después de agitar con una corriente de nitrógeno a través de la mezcla durante 45 minutos se calienta el contenido del reactor a 58°C y se le

10

añaden 0,2 g de Vazo[®] 67 (empresa DuPont, 2,2'-azodi(2-metilbutironitrilo)). Seguidamente se calienta el baño exterior a 75°C y se lleva a cabo la reacción con esta temperatura exterior constante. Después de un tiempo de reacción de 1 h se añaden de nuevo 0,2 g de Vazo[®] 67 (empresa DuPont, 2,2'-azodi(2-metilbutironitrilo)). Pasadas 3 y 6 h se diluye la mezcla en cada caso con 150 g de una mezcla de acetona/isopropanol. Para reducir los iniciadores

15

residuales se añaden en cada caso después de 8 y de 10 h 0,1 g de Perkadox[®] 16 (empresa Akzo Nobel, peroxidocarbonato de di(4-tert-butilciclohexilo)). Pasadas 22 h se interrumpe la reacción y se enfría la mezcla reaccionante a temperatura ambiente. Después se diluye con isopropanol hasta un contenido de sólidos del 30 % y con agitación intensa se le añade un 0,3 % en peso de acetilacetato de aluminio. Se aplica con rasqueta la solución de modo similar a los ejemplos 1-3 de la invención sobre una lámina de separación y se seca a 120° durante 10 minutos. La cantidad de masa aplicada es de 50 g/m². Se determina la fuerza adhesiva con arreglo al método A y se obtienen

20

Resultados

25

Con la preparación de las probetas de ensayo se pone de manifiesto que los materiales de los ejemplos 1-12 (n. inv. = no de la invención) poseen todas fuerzas adhesivas elevadas. Las fuerzas adhesivas dependen de la masa aplicada. La probeta de referencia 1 basada en una masa autoadhesiva de poliacrilato presenta fuerza adhesiva similar según el método de ensayo A. Los ejemplos 1-12 ponen de manifiesto que todos los materiales de los ejemplos son apropiados para uniones pegadas permanentes y no para uniones pegadas provisionales.

30

Para determinar la idoneidad para el sector óptico se realizan también mediciones ópticas. La transmisión de luz se determina por el método de ensayo B. La turbidez (neblina) de las masas autoadhesivas se determina por el método de ensayo C y se describe como valor de turbidez (haze). Los resultados se recogen en la siguiente tabla 1.

Tabla 1

35

ejemplo	transmisión (ensayo B) en %	turbidez (haze) (ensayo C) en %
1 (no inv.)	92	0,7
2 (no inv.)	92	0,4
3 (no inv.)	92	0,6
4 (no inv.)	92	0,7
5 (no inv.)	92	0,4
6 (no inv.)	92	0,5
7	92	0,8
8	92	0,4
9 (no inv.)	92	0,6
10 (no inv.)	92	0,7
11	92	0,4
12	92	0,5
referencia 1	93	0,4

De los ensayos se desprende que todos los materiales de los ejemplos tienen valores de transmisión elevados, del 92 %, pero estos valores resultan mermados por la reflexión de la luz. En las uniones pegadas de vidrio/vidrio pueden medirse valores de transmisión superiores al 99 % después de haber restado la reflexión de la luz. El material del ejemplo de referencia, basado en poliacrilato, tiene valores de transmisión similares. Las masas adhesivas de PU sillado son, pues, apropiadas para transmisiones ópticas elevadas. Las mediciones de la neblina (haze) por el método C lo confirman. Los valores de neblina medidos son inferiores al 1 % en todas las masas autoadhesivas y, por lo tanto, cumplen las exigencias más elevadas.

A continuación se realizan diversos estudios de envejecimiento. En primer lugar un ensayo de resistencia a la luz según el método D. En este caso se comprueba si por exposición prolongada a la radiación solar se produce un aumento del color o un amarilleo. Esto es muy importante para las aplicaciones ópticas, en las que el material está expuesto a una radiación permanente, p.ej. la emitida por una pantalla, o bien en las que el material se utiliza en la intemperie. Los resultados se recogen en la tabla 2.

Tabla 2

ejemplo	resistencia a la luz (ensayo D), transmisión en %
1 (no inv.)	92
2 (no inv.)	92
3 (no inv.)	92
4 (no inv.)	92
5 (no inv.)	92
6 (no inv.)	92
7	92
8	92
9 (no inv.)	92
10 (no inv.)	92
11	92
12	92
referencia 1	91

De la tabla 2 se desprende que los materiales de todos los ejemplos y del ejemplo de referencia 1 tienen una transmisión estable y ninguno o en el caso del material del ejemplo de referencia 1 presentan solamente una ligera disminución de la transmisión.

Otro ensayo de envejecimiento consiste en una prueba de clima alternante. En esta prueba se simula una situación en la que la masa adhesiva se expone a un clima muy distinto, lo cual a su vez puede ser el caso de aplicaciones finales del sector de telefonía móvil. La prueba del clima alternante se realiza con arreglo al método E. Los resultados se recogen en la tabla 3.

Tabla 3

ejemplo	fuerza adhesiva (ensayo A), en N/cm	fuerza adhesiva después de clima alternante (ensayo E), en N/cm
1 (no inv.)	4,3	4,4
2 (no inv.)	4,2	4,4
3 (no inv.)	5,1	5,4
4 (no inv.)	6,0	6,2
5 (no inv.)	5,2	5,5
6 (no inv.)	5,3	5,5
7	6,2	6,5
8	6,9	7,2
9 (no inv.)	4,8	5,1
10 (no inv.)	4,6	4,8
11	5,7	5,9
12	6,5	6,9
referencia 1	6,4	6,9

Las mediciones de tabla 3 indican un nivel de adhesión muy estable en los materiales de todos los ejemplos. Lo único que llama la atención es la formación de burbujas en el material del ejemplo de referencia 1, provocada probablemente por gases desprendidos por la lámina de PET. En cambio, los materiales de los ejemplos 1-12 no presentan semejante problema. Tampoco aparecen levantamientos ni nada parecido en ninguno de los materiales de los

ejemplos. Este es otro indicio de una buena resistencia de la unión pegada.

5 Como última medición se realiza una vez más una unión pegada sobre una lámina ITO con los materiales de todos los ejemplos y de los ejemplos de referencia. El fin perseguido es que incluso después del pegado con una masa autoadhesiva, no se produzcan efectos negativos en la conductividad eléctrica de la capa ITO. Con el método F se determina la unión pegada después de un período prolongado. En tal caso se simula si aparecen los efectos de envejecimiento, que puedan influir negativamente en la conductividad eléctrica a lo largo del tiempo. La pérdida porcentual se determina por comparación de la medición reciente con la correspondiente a una unión pegada después del almacenaje. Para aplicación del tipo panel táctil (touch panel) se exige que las pérdidas sean inferiores al 5 %
10 %, para asegurar una buena idoneidad. Los resultados de estos ensayos se recogen en la tabla 4.

Tabla 4

ejemplo	ensayo de conductividad eléctrica (ensayo F), pérdida en %
1 (no inv.)	< 1
2 (no inv.)	< 1
3 (no inv.)	< 1
4 (no inv.)	< 1
5 (no inv.)	< 1
6 (no inv.)	< 1
7	< 1
8	< 1
9 (no inv.)	< 1
10 (no inv.)	< 1
11	< 1
12	< 1
referencia 1	15

15 Los resultados de las mediciones ponen de manifiesto que el material del ejemplo comparativo de referencia 1 produce una disminución significativa de la conductividad eléctrica. El material del ejemplo de referencia 1 está basado en un poliacrilato y contiene grupos funcionales ácido acrílico. En cambio, los materiales de los ejemplos de 1 a 12 prácticamente no producen pérdida en la conductividad eléctrica de las láminas ITO. Por consiguiente, los materiales de los ejemplos 1-12 son muy apropiados para el pegado de láminas ITO y poseen ventajas significativas con respecto a las masas autoadhesivas acrílicas comerciales, que también se emplean en el sector óptico para el
20 pegado de láminas ITO.

Resumiendo, los resultados de las mediciones demuestran que las masas autoadhesivas de la invención y su utilización según la invención son muy apropiadas para el pegado de paneles táctiles (touch panels) o para el pegado de láminas ITO para paneles táctiles capacitivos. Estas masas autoadhesivas poseen ventajas significativas frente a las masas autoadhesivas convencionales basadas p.ej. en poliacrilatos.
25

REIVINDICACIONES

1. Uso de una masa autoadhesiva basada en poliuretanos sililados para el pegado de piezas o componentes ópticos, en especial de láminas ópticas, dicha masa autoadhesiva se basa en los componentes siguientes:
- 5 a) un polímero de uretano, generado a partir de isocianatos di- o polifuncionales (NCO) y alcoholes di o polifuncionales (OH), situándose la proporción NCO/OH en un valor <1 o bien >1 , que está funcionalizado por lo menos con un grupo $\text{Si}(\text{OR})_{3-x}$, en el que R es un resto alquilo o acilo y x es el número 0 ó 1,
- 10 b) un catalizador organometálico del grupo III, IV o V del Sistema Periódico
- c) una cantidad catalíticamente suficiente de agua,
- d) una resina de organopolisiloxano de la fórmula: $(\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2})_y(\text{SiO}_{4/2})_1$,
 en la que R^1 significa un grupo hidrocarburo monovalente, sustituido o sin sustituir, un átomo de hidrógeno o un grupo hidroxilo e "y" es un número entre 0,5 y 1,2, o
- 15 una resina de pegajosidad basada en terpenos, terpeno-fenoles, cumarenos, indenos o hidrocarburos que tengan un punto de reblandecimiento entre 80 y 150°C,
- e) opcionalmente otros aditivos o cargas de relleno, y
- dicha masa autoadhesiva tiene una transmisión según norma ASTM D 1003 superior al 86 % y una turbidez o neblina (haze) según norma ASTM D 1003 inferior al 5 % y la masa autoadhesiva se proporciona en forma de cinta adhesiva, que tiene por lo menos una capa adhesiva de un grosor comprendido entre 100 y 250 μm .
2. Uso según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción entre las unidades $(\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2})_y$ ("unidades M") y las unidades $(\text{SiO}_{4/2})_1$ ("unidades Q") adopta un valor comprendido entre 0,5 y 1,2.
- 25 3. Uso según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el peso molecular ponderal medio M_w de la resina de organopolisiloxano (resina MQ) se sitúa entre 500 g/mol y 100.000 g/mol, con preferencia entre 1.000 g/mol y 25.000 g/mol.
4. Uso según por lo menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el componente d) es una resina de pegajosidad basada en terpenos, terpeno-fenoles, cumarenos, indenos o hidrocarburos que tengan un intervalo de reblandecimiento entre 80 y 150°C y la proporción ponderal entre la masa adhesiva de PU sililado y la resina de pegajosidad se sitúa entre 10:90 y 90:10, con preferencia entre 40:60 y 90:10.
- 30 5. Uso según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la masa adhesiva se reticula con radiación actínica, con preferencia con radiación electrónica, en una dosis por lo menos de 10 kGy.
6. Uso según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pieza o componente óptico es eléctricamente conductor y/o tiene una superficie microestructurada.
- 40 7. Uso según por lo menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la capa adhesiva se produce en un solo paso de recubrimiento.

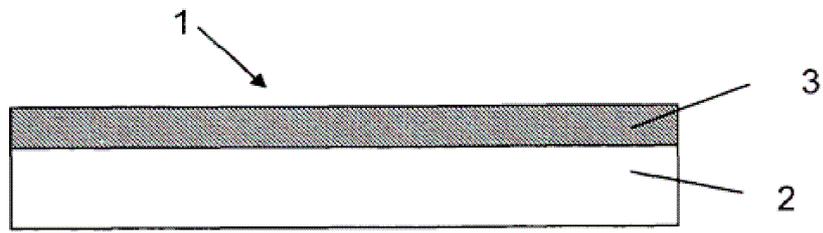


Fig. 1

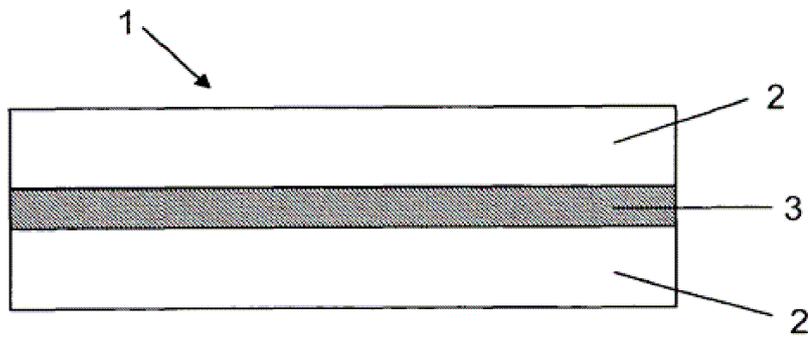


Fig. 2

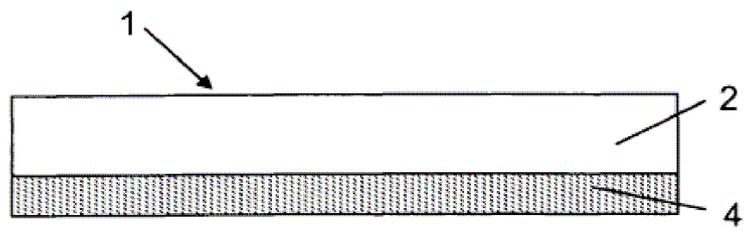


Fig. 3

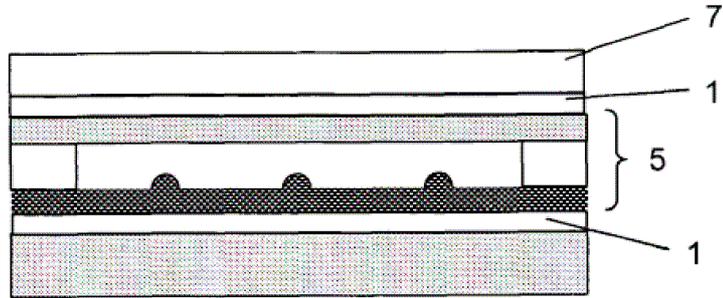


Fig. 4

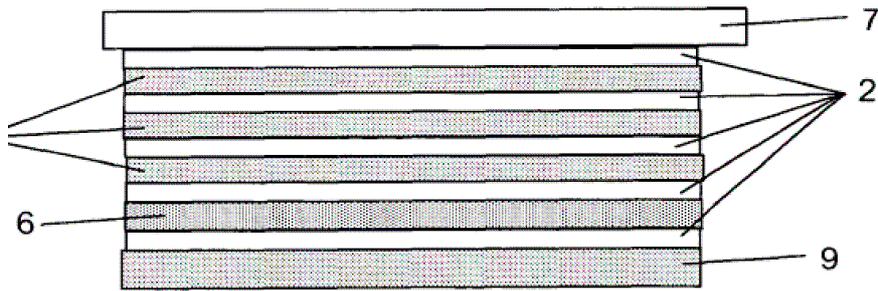


Fig. 5