

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 483 798**

51 Int. Cl.:

B05D 3/02 (2006.01)

C09J 7/02 (2006.01)

C09J 133/08 (2006.01)

C08J 3/24 (2006.01)

C08L 33/08 (2006.01)

C08K 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2010 E 10177428 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014 EP 2305389**

54 Título: **Cintas adhesivas de montaje**

30 Prioridad:

02.10.2009 DE 102009048036

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

07.08.2014

73 Titular/es:

**TESA SE (100.0%)
Kst. 9500 - Bf. 645 Quickbornstrasse 24
20253 Hamburg, DE**

72 Inventor/es:

**BRANDES, KAY;
HEINS, MATTHIAS DR.;
POSSEL, ESTHER VON y
PRENZEL, ALEXANDER DR.**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 483 798 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

Cintas adhesivas de montaje

5 La invención se refiere a cintas adhesivas de doble cara que comprenden una capa de soporte (capa intermedia) así como capas de masa autoadhesiva dispuestas sobre esta capa de sustrato. Las cintas adhesivas presentan una fuerza adhesiva muy alta.

10 Para diversos campos de aplicación, tal como por ejemplo en el sector de la construcción, en la fabricación industrial de productos técnicos o para fines de montaje se requieren cada vez más cintas adhesivas gruesas que sin embargo se adhieran con fuerza (las denominadas "cintas adhesivas de montaje"). Dado que las pegaduras se efectúan con frecuencia en el exterior o los productos pegados se encuentran expuestos a las influencias climáticas externas, con frecuencia las exigencias con respecto a las propiedades de estas cintas adhesivas son altas: así la pegadura debe ser fuerte, duradera y resistente a las influencias atmosféricas; muchas veces se exige una elevada estabilidad frente a la humedad, el calor y el calor húmedo; de manera ventajosa las cintas adhesivas deben poder compensar irregularidades en la junta de pegadura y sobre los sustratos que van a pegados, y cada vez más se desea también una alta transparencia para las cintas adhesivas gruesas (por ejemplo en el campo de la pegadura de materiales transparentes como vidrios o plásticos transparentes).

20 Las cintas adhesivas que se usan para fines de este tipo por lo general están dotadas de masas adhesivas en las que las propiedades técnicas de adherencia tienen que estar muy bien adaptadas. Así es necesario ajustar con mucha precisión la cohesión, la adhesividad al contacto táctil (también denominada "*tack*" (pegajosidad)), el comportamiento de flujo y otras propiedades. Dado de que las conformaciones técnicas de la masa autoadhesiva que influyen en estas propiedades con frecuencia tienen efectos opuestos sobre las propiedades individuales, por lo general la adaptación es difícil o es necesario contraer compromisos en el resultado.

25 En particular para cintas adhesivas muy gruesas resulta además con frecuencia difícil realizar cintas adhesivas muy homogéneas; debido a condiciones del proceso las cintas adhesivas muy gruesas con frecuencia no son muy homogéneas a través de la capa. Pero esta propiedad también es indeseada dado que con frecuencia se requieren cintas adhesivas que tienen propiedades bien definidas independientemente de su grosor de capa y de la producción.

30 Las sustancias con propiedades viscoelásticas adecuadas para usos de autoadhesión se caracterizan por que en el caso de deformación mecánica tanto fluyen de forma viscosa como también crean fuerzas de recuperación elásticas. Ambos procesos se encuentran en una determinada relación uno respecto a otro en cuanto a su respectiva participación, que depende tanto de la composición exacta, la estructura y el grado de reticulación de la sustancia que va a considerarse así como también de la velocidad y duración de la deformación y de la temperatura.

35 El porcentaje de flujo viscoso es necesario para obtener adhesión. Solamente las partes viscosas generadas mediante macromoléculas con una movilidad relativamente grande permiten una buena humectación y una buena fluidez sobre el sustrato que va pegarse. Una proporción alta de flujo viscoso lleva a una elevada adhesividad propia (también designada como adhesividad o como pegajosidad) y por consiguiente con frecuencia también a una elevada fuerza adhesiva. Los sistemas muy reticulados, polímeros cristalinos o que solidifican a modo de vidrio por lo general no tienen adhesividad propia en virtud de la deficiencia de partes capaces de fluir.

40 Los porcentajes de fuerzas de recuperación elásticas son necesarias para obtener cohesión. Son generadas, por ejemplo, mediante macromoléculas de cadenas muy largas y muy entrelazadas y reticuladas de forma física o química, y permiten la transmisión de las fuerzas que actúan sobre una unión adhesiva. Llevan a que una unión adhesiva pueda resistir suficientemente durante un periodo de tiempo más prolongado una carga permanente que actúa sobre ella, por ejemplo en forma de una carga de cizalladura duradera.

45 Para evitar que las masas autoadhesivas se escurran (fluyan fuera) del sustrato y garantizar una suficiente estabilidad de la masa autoadhesiva en la unión adhesiva, se requiere por lo tanto una suficiente cohesión de las masas autoadhesivas. Pero por otra parte, para buenas propiedades de adhesión es necesario que las masas autoadhesivas estén en condiciones de fluir sobre el sustrato y garantizar una humectación suficiente de la superficie del sustrato. Para evitar roturas dentro de la unión adhesiva (dentro de la capa de masa autoadhesiva) se requiere además una cierta elasticidad de la masa autoadhesiva.

50 Para obtener una suficiente cohesión de las masas autoadhesivas de las cintas adhesivas, por lo general las masas autoadhesivas son reticuladas, es decir, las macromoléculas individuales se enlazan una con otra mediante puentes de enlace. La reticulación puede ocurrir de diferentes maneras, así hay métodos de reticulación físicos y químicos (térmicos).

55 Para la producción de cintas adhesivas homogéneas es ventajoso llevar a cabo la reticulación térmica de los polímeros: resulta posible sin más suministrar energía térmica de manera homogénea también en capas gruesas. En cambio, las capas de masa que se reticularon mediante radiación actínica (por ejemplo, radiación ultravioleta, rayos de electrones) muestran un perfil de reticulación a través de la capa reticulada. Este perfil de reticulación resulta por el hecho de que los rayos solamente presentan una profundidad de penetración limitada en la capa, disminuyendo

además la intensidad de la radiación con la profundidad de penetración debido a los procesos de absorción. Por este motivo las zonas exteriores de una capa de masa reticulada químicamente mediante radiación están más fuertemente reticuladas que las zonas que se encuentran más al interior, disminuyendo la intensidad de la reticulación hacia dentro. Este efecto es muy significativo en particular para capas gruesas.

Desde el punto de vista de la técnica de procedimiento las capas poliméricas muy gruesas se producen mucho mejor a partir de la masa fundida polimérica (los denominados *hotmelts*) que a partir de la disolución polimérica. Dado que las capas se producen mediante un recubrimiento de la masa fundida, pero que para una distribución homogénea de los agentes reticulantes térmicos para iniciar una reticulación térmica subsiguiente es necesario adicionar justamente estos agentes reticulantes antes del recubrimiento, resulta el problema de que los agentes reticulantes térmicos se ven expuestos a las elevadas temperaturas para producir la masa fundida polimérica y por lo tanto ya antes de la reticulación provocan una reticulación descontrolada del polímero (llamado gelación). Para suprimir considerablemente esta gelación, en el proceso *hotmelt* se utilizan habitualmente agentes reticulantes muy inertes a la reacción, y esto solo poco antes del recubrimiento. Pero para, no obstante, obtener resultados de reticulación satisfactorios tras el recubrimiento todavía se siguen entremezclando lo que se conoce como "aceleradores".

También para los sistemas poliméricos recubiertos en disolución que se deben reticular de forma térmica puede ser razonable el uso de aceleradores, y con frecuencia se realiza. El proceso de reticulación iniciado de forma térmica habitualmente se combina con la eliminación térmica del disolvente a partir de la capa aplicada (es decir, con el secado de la capa de masa). Una eliminación demasiado rápida del disolvente lleva a este respecto a una capa mal formada, irregular y no homogénea, dado que un secado demasiado radical provoca, por ejemplo, la formación de ampollas. Por este motivo el secado se lleva a cabo a temperaturas moderadas. Pero para, no obstante, garantizar también a estas temperaturas una buena reticulación que se desarrolle con suficiente rapidez, también a los sistemas de disolvente se les adicionan habitualmente aceleradores.

Un revestimiento en disolución se prefiere con frecuencia cuando el grosor de las capas resultantes no es muy grande, de manera que una viscosidad más alta de la disolución polimérica que va a aplicarse (en comparación con una masa fundida en su mayor parte libre de disolvente) no conlleva problemas significativos.

Como aceleradores, o también como sustancia que actúa de manera aceleradora se usan en particular aceptores de protones, donadores de pares de electrones (bases de Lewis) y/o aceptores de pares de electrones (ácidos de Lewis). Los aceleradores son aquellos compuestos o productos químicos que favorecen las reacciones de reticulación en cuanto que promueven una velocidad de reacción suficiente de acuerdo con la invención. Esto ocurre en particular de manera catalítica (mediante activación de la reacción de reticulación) y/o mediante la transformación de grupos funcionales de las sustancias del agente reticulante o de las macromoléculas que van a reticularse en grupos funcionales que pueden reaccionar unos con otros o con grupos funcionales adicionales en el sentido de una reacción de enlace de las macromoléculas entre sí (formación de puentes, formación de estructura reticulada).

Los propios aceleradores no participan en una reacción de enlace de este tipo (es decir, no sufren ellos mismos una reticulación), pero finalmente pueden estar ligados ellos mismos en la estructura reticulada o estar enlazados a la misma en forma de productos de reacción o en forma de fragmentos. Es decir, que el acelerador proporciona una mejora esencial de la cinética de reacción de la reacción de reticulación.

Los agentes reticulantes por el contrario son aquellas sustancias que mediante grupos funcionales propios pueden participar en una reacción, en particular una reacción de adición o de sustitución, que lleva a una formación de puentes para la formación de estructuras reticuladas, o que presentan grupos funcionales que, en el contexto de la reacción de reticulación, por ejemplo, mediante el efecto de aceleración mencionado o mediante otros fenómenos del proceso, se transforman en grupos funcionales que conducen a la correspondiente formación de puentes entre las macromoléculas de los polímeros que van a reticularse.

La reacción de reticulación no se desarrollaría en ausencia del acelerador, o solo de manera insuficientemente lenta en el caso de parámetros de reacción seleccionados, en este caso en particular una temperatura que se encuentra por debajo de la temperatura de fusión de los poliacrilatos. Muchos epóxidos que se usan como agentes reticulantes son por naturaleza más bien de reacción lenta, de manera que sin un acelerador no conducen a resultados satisfactorios de la reticulación.

Los donadores de protones, en particular ácidos carboxílicos y grupos ácido carboxílico y sus derivados desprotonados no se deben contar entre los aceleradores en el sentido de acuerdo con la invención.

En cambio, la presencia de aceleradores en las masas autoadhesivas también presenta desventajas. De este modo, en particular los aceleradores que contienen nitrógeno, tales como por ejemplo aminas, tienden al amarilleo con el tiempo debido a procesos de oxidación, de modo que este tipo de sistemas de acelerador no son malos o no son adecuados en particular para masas autoadhesivas que son transparentes, las cuales se deben usar, por ejemplo, para fines ópticos.

Los aceleradores que son de tipo sal o forman sales (en particular los aceleradores básicos), tales como por ejemplo las aminas mencionadas anteriormente o también el cloruro de zinc llevan a una mayor capacidad de humedad del producto dado que las sales por lo general tienen propiedades higroscópicas. Estos aceleradores no son adecuados en particular para masas autoadhesivas que, debido al campo de aplicación considerado deben presentar una muy elevada estabilidad frente a la humedad.

Por lo tanto se pretende obtener la reticulación térmica de poliacrilatos como masas autoadhesivas sin entremezclar aceleradores, en particular para aquellas capas que están en contacto con el aire.

5 Es objeto de la invención proporcionar polímeros térmicamente reticulados (en particular masas autoadhesivas) a base de acrilato, en particular para cintas autoadhesivas de doble cara fuertemente adhesivas. De manera ventajosa los poliacrilatos reticulados deben presentar muy poca tendencia al amarilleo, pero sí una elevada estabilidad frente al calor húmedo.

10 De manera muy preferente los poliacrilatos se deben poder producir, procesar y/o en particular recubrir mediante el proceso *hotmelt*, y no obstante ser adecuados para una reticulación térmica.
Es también objeto de la invención ofrecer cintas adhesivas que se adhieran con fuerza utilizando los poliacrilatos mencionados.

15 Es objeto de la invención un método para reticular poliacrilatos, en particular masas autoadhesivas de poliacrilato que pueden obtenerse mediante la polimerización de una mezcla de monómeros, que contienen al menos un 5 % en peso de ácido acrílico, usándose como agente reticulante para la reticulación de los poliacrilatos al menos un derivado de epoxiciclohexilo en ausencia de aceleradores. Por consiguiente, en el polímero que va a reticularse no se encuentran presentes, en particular no se añadieron, aceleradores, en particular aceptores de protones, donadores de pares de electrones (bases de Lewis) y/o aceptores de pares de electrones (ácidos de Lewis).

20 La ausencia se refiere en particular a los aceleradores adicionados de forma externa (es decir, no los polimerizados o incorporados en la estructura polimérica); pero se prefiere particularmente que no se encuentren presentes ni los aceleradores adicionados externamente ni tampoco los polimerizados, de manera muy preferente ningún acelerador.

25 De manera ventajosa los poliacrilatos reticulados anteriormente comprenden un porcentaje elástico superior al 80 %, preferentemente superior al 85 %, de manera muy preferente superior al 90 %.

30 Todas las indicaciones con respecto al porcentaje elástico se refieren a valores que se pueden determinar de acuerdo con el método de medición H3 descrito en la parte experimental de este documento; para este propósito las capas poliméricas que corresponden a las capas poliméricas existentes en las cintas adhesivas de acuerdo con la invención se miden de acuerdo al método H3 como capas individuales sobre una película de PET de 23 µm de grosor y se determina el porcentaje elástico.

35 Son además objeto de la invención cintas adhesivas que comprenden al menos una primera capa polimérica viscoelástica con un lado superior y un lado inferior así como al menos una segunda capa polimérica, que en particular es directamente adyacente a la primera capa polimérica, sobre el lado superior de la capa polimérica viscoelástica, en las que

- la capa polimérica viscoelástica se basa en un poliacrilato que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros del 65 al 97 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 0 al 30 % en peso de acrilato de metilo, del 3 al 15 % en peso de ácido acrílico, estando reticulada la capa polimérica viscoelástica,
- la segunda capa polimérica se basa en un polímero que puede obtenerse mediante la polimerización de una composición de monómeros del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico, estando reticulada de forma térmica la segunda capa polimérica mediante el uso de un derivado de epoxiciclohexilo en ausencia de aceleradores, en particular de aceptores de protones, donadores de pares de electrones (bases de Lewis) y/o aceptores de pares de electrones (ácidos de Lewis).

55 Dado que la segunda capa polimérica en el material compuesto de cinta adhesiva descrito presenta propiedades de adhesividad al contacto hacia el exterior, a continuación la segunda capa polimérica también será designada como capa de masa autoadhesiva.

60 La invención se refiere a cintas adhesivas de doble cara que comprenden una primera capa polimérica viscoelástica con un lado superior y un lado inferior (a continuación también designada "capa intermedia" para las cintas adhesivas de doble cara) así como una segunda capa polimérica sobre el lado superior y una tercera capa polimérica sobre el lado inferior de la capa intermedia, en las que

- la capa intermedia viscoelástica se basa en un poliacrilato que puede obtenerse mediante la polimerización de una composición de monómeros del 65 al 97 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 0 al 30 % en peso de acrilato de metilo, del 3 al 15 % en peso de ácido acrílico, estando reticulada la capa intermedia viscoelástica,

- la segunda y la tercera capa polimérica son capas de masa autoadhesiva y se basan en un polímero que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico,

5 estando reticuladas la segunda capa polimérica y tercera capa polimérica de manera térmica con el uso de al menos un derivado de epoxiciclohexilo en ausencia de aceleradores, en particular de aceptores de protones, donadores de pares de electrones (bases de Lewis) y/o aceptores de pares de electrones (ácidos de Lewis) y el agente reticulante de derivado de epoxiciclohexilo se encuentra en una cantidad total de hasta 0,4 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso del polímero que va a reticularse.

10 También en este caso la segunda capa polimérica es una capa de masa autoadhesiva, es decir que al menos en el material compuesto de cinta adhesiva descrito tiene propiedades de adhesividad al contacto hacia el exterior. Además la tercera capa polimérica en la cinta adhesiva de doble cara presenta de manera muy preferente propiedades adhesivas, en particular de autoadhesivas.

15 La fuerza adhesiva sobre acero (todas las indicaciones con respecto a la fuerza adhesiva sobre acero se refieren a valores que se pueden determinar de acuerdo con el ensayo de fuerza adhesiva de 90°, método de medición V1; descrito en la parte experimental de este documento) de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención por el lado de la segunda capa polimérica (es decir, la fuerza adhesiva en el lado superior de la cinta adhesiva) preferentemente asciende al menos a 10 N/cm o más, de manera particularmente preferente al menos 15 N/cm o más, de manera extraordinariamente preferente 17 N/cm o más.

20 Los términos parte superior e inferior sirven en el contexto de este documento únicamente para diferenciar localmente ambas superficies de la primera capa polimérica y, además, no contendrán información adicional en cuanto a direcciones. Es decir, que sobre el "lado superior" significa en particular sobre uno de los lados de la capa correspondiente, sobre el lado inferior sobre el otro lado de la capa correspondiente.

25 Las reivindicaciones dependientes se refieren a perfeccionamientos y realizaciones ventajosas de la invención.

30 Puede influirse en la calidad de las capas poliméricas y en sus propiedades físicas (por ejemplo, viscoelasticidad, cohesión, porcentaje elástico) mediante el tipo y el grado de reticulación.

35 Por consiguiente, la enseñanza de la invención incluye además la idea de reticular de forma térmica un poliacrilato, en particular una masa autoadhesiva de poliacrilato, con un elevado contenido en ácido acrílico (es decir, que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros que contiene al menos un 5 % en peso de ácido acrílico), concretamente con el uso de uno o varios derivados de epoxiciclohexilo, en particular solos, pero opcionalmente también en combinación con otros agentes reticulantes, pero, en todo caso, en ausencia de sustancias aceleradoras, en particular de aceptores de protones, donadores de pares de electrones (bases de Lewis) y/o aceptores de pares de electrones (ácidos de Lewis), en la capa que va a reticularse con el derivado de epoxiciclohexilo.

40 Con un método de este tipo es posible producir excelentemente las segundas capas poliméricas.

45 Se comprobó que es particularmente favorable usar como agente reticulante uno o varios epoxiciclohexilcarboxilatos, de manera particularmente preferente 3,4-epoxiciclohexilcarboxilato de (3,4-epoxiciclohexano)metilo (CAS 2386-87-0).

50 El agente reticulante o los agentes reticulantes de derivado de epoxiciclohexilo preferentemente se encuentra(n) presente(s) en la masa autoadhesiva que va a reticularse en una cantidad total de hasta 0,4 partes en peso, de manera muy preferente de hasta 0,3 partes en peso (en cada caso con respecto a 100 partes en peso del polímero que va a reticularse [si a la masa autoadhesiva no se le añadieron aditivos o materiales de relleno adicionales, entonces con respecto a 100 partes en peso de la masa autoadhesiva que va a reticularse]). En el caso de cantidades de agente reticulante superiores a 0,3 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero es necesario contar cada vez más con pérdidas de la fuerza de adhesión. Las cantidades de agente reticulante típicas se encuentran, por ejemplo, en el intervalo de 0,15 a 0,25 partes en peso, en particular de 0,2 partes en peso (con respecto a 100 partes en peso de polímero).

55 Preferentemente también la capa de poliacrilato viscoelástica (la capa intermedia viscoelástica) está reticulada de forma térmica, lo cual lleva a una formación muy homogénea de la capa viscoelástica. De manera particularmente preferente la reticulación térmica se efectúa mediante el uso de uno o varios glicidil éteres, en particular de uno o varios poliglicidil éteres, de manera muy preferente con el uso de tetraglicidil éter de pentaeritritol (CAS 3126-63-4) como agente reticulante. La reticulación se efectúa en particular de manera favorable en combinación con una amina o una amida, de manera particularmente preferente con trietilentetramina (CAS 112-24-3) como acelerador. El agente reticulante para la capa de poliacrilato viscoelástica se le adiciona al poliacrilato que va a reticularse preferentemente en una cantidad de hasta 1,0 parte en peso, de manera muy preferente hasta 0,8 partes en peso (con respecto a 100 partes en peso del polímero que va a reticularse). Las cantidades típicas de agente reticulante se encuentran, por ejemplo, en el intervalo de 0,1 a 0,6, en particular de 0,15 a 0,5 partes en peso (con respecto a

100 partes en peso de polímero).

De manera ventajosa el acelerador está presente en una cantidad de 0,1 a 0,3 partes en peso (con respecto a 100 partes en peso de polímero).

5 La presencia de un acelerador de amina en la capa de poliacrilato viscoelástica no es crítica en particular en el caso de estructuras de tres o más capas, dado que la capa intermedia en estos casos se ve considerablemente protegida de la influencia de sustancias oxidantes como, por ejemplo el oxígeno del aire mediante las capas externas de masa adhesiva y masa autoadhesiva.

10 La capa polimérica viscoelástica se puede considerar como un líquido altamente viscoso que bajo carga de presión muestra el comportamiento de la fluencia (también denominado como "escurrimiento"). Los polímeros viscoelásticos en el sentido de la primera capa polimérica viscoelástica de acuerdo con la invención preferentemente ya presentan mediante la fuerza de gravedad, es decir, bajo la carga de su propio peso la capacidad de fluir más o menos lentamente y en particular de fluir sobre un sustrato. Pero este efecto tiene lugar al menos bajo una acción de presión externa. Un aumento de la presión, por ejemplo el apretar la cinta adhesiva sobre un sustrato puede acelerar claramente este comportamiento.

15 Los polímeros viscoelásticos en el sentido de la primera capa polimérica viscoelástica de acuerdo con la invención tienen además la capacidad de relajar las fuerzas que actúan sobre ellos en el caso de una acción de fuerza lenta: están en condiciones de disipar las fuerzas en oscilaciones y/o deformaciones (que en particular también pueden ser, al menos en parte, reversibles), por consiguiente de "amortiguar" las fuerzas de acción y preferentemente evitar una destrucción mecánica mediante las fuerzas de acción, pero de manera ventajosa al menos disminuirlas o al menos retrasar el momento de que se presente la destrucción. En el caso de una fuerza de acción muy rápida los polímeros viscoelásticos muestran habitualmente un comportamiento elástico, es decir, el comportamiento de una deformación completamente reversible, pudiendo llevar a una rotura las fuerzas que exceden la capacidad de elasticidad de los polímeros.

20 En contraposición a esto se encuentran los materiales elásticos que muestran el comportamiento elástico descrito también en el caso de una acción de fuerza lenta.

La cinta adhesiva de doble cara de acuerdo con la invención presenta diferencias significativas en comparación con las cintas adhesivas del estado de la técnica:

30 Mediante la reticulación térmica la cinta autoadhesiva no presenta por un lado un perfil de reticulación a través de sus capas. Las capas viscoelásticas así como las capas de masa autoadhesiva que se reticularon mediante radiación actínica (radiación ultravioleta, rayos de electrones) muestran un perfil de reticulación a través de la respectiva capa reticulada. Las capas de masa reticuladas de forma térmica no muestran este comportamiento, dado que el calor puede penetrar de manera uniforme en la capa.

35 La ausencia de las sustancias aceleradoras se puede comprobar de forma analítica (los sistemas reticulados con la presencia de aceleradores presentan restos de estos aceleradores, como por ejemplo compuestos de nitrógeno en el caso de aminas o amidas como acelerador, cloruro de zinc o similares).

40 Además se pudo comprobar, tal como se expone en la parte experimental de este documento, que las masas autoadhesivas de poliacrilato reticuladas de forma térmica mediante derivados de epoxiciclohexilo como agentes reticulantes presentan una fuerza adhesiva mayor que los sistemas reticulados mediante otros agentes reticulantes. Probablemente esta propiedad se debe a una estructura de reticulación especial. El objeto mencionado anteriormente difiere por lo tanto de manera significativa de las cintas adhesivas que tras la reticulación mediante otros agentes reticulantes presentan fuerzas de adhesión menores y peores propiedades técnicas de adherencia.

45 Esta diferencia es muy significativa para las cintas adhesivas de acuerdo con la invención. Si se usa una capa viscoelástica del tipo mencionado y se aplica al menos sobre un lado con una masa autoadhesiva de poliacrilato de la composición mencionada, reticulada de forma térmica mediante al menos un derivado de epoxiciclohexilo, entonces las fuerzas adhesivas en este lado de la cinta adhesiva son claramente más altas que en sistemas

- 50
- que tienen la masa autoadhesiva correspondiente sobre un soporte polimérico elástico (soportes de lámina convencionales, tal como por ejemplo PET, PE, PVC),
 - o que presentan el mismo soporte viscoelástico pero otra masa autoadhesiva (es decir, por ejemplo con sustratos de película elástica como soporte) aunque en sí sea claramente más pegajosa.

55 Sorprendentemente para la fuerza adhesiva de la cinta adhesiva no solamente desempeña un papel la masa autoadhesiva orientada al exterior, sino que también el sustrato viscoelástico, de manera que para las excelentes propiedades adhesivas tiene importancia el sistema global. Por lo tanto la idea inventiva incluye la combinación de una capa polimérica viscoelástica, relativamente blanda, con una capa de masa autoadhesiva que en sí no es muy autoadhesiva (es decir, por ejemplo con sustratos de lámina elástica como soporte), optimizándose mediante la interacción de ambas capas el comportamiento adhesivo en los lados de la capas de masa autoadhesiva y por consiguiente obteniéndose fuerzas adhesivas que son claramente más altas que en el caso de capas de masa autoadhesiva que en sí son muy autoadhesivas (en particular aquellas que se encuentran presentes sobre soportes convencionales, en particular elásticos).

65

De acuerdo con la invención se logró usar una masa autoadhesiva cohesiva que en sí tiene adhesividad relativamente baja como masa autoadhesiva para una cinta adhesiva con gran fuerza adhesiva, en particular aumentar muy notablemente la fuerza adhesiva exterior de una capa polimérica más bien poco pegajosa, muy cohesiva, presente sobre soportes elásticos (fuerza adhesiva sobre acero en estas condiciones < 10 N/cm o claramente por debajo, aproximadamente por ejemplo < 7 N/cm), (y aumentarla hasta un valor superior a 10 N/cm, preferentemente superior a 15 N/cm), mediante el hecho de que adyacente a esta capa polimérica cohesiva se proporciona una capa polimérica viscoelástica blanda, presentando también la capa polimérica viscoelástica en sí fuerzas adhesivas por debajo de 10 N/cm, en particular por debajo de 7 N/cm.

En el caso de cintas adhesivas en las que la fuerza adhesiva solamente se debe a la masa autoadhesiva externa con frecuencia es necesario un compromiso entre adhesión y cohesión (ver parte introductoria). Sorprendentemente se logró obtener excelentes propiedades globales mediante el control de las propiedades de dos capas diferentes que se pueden optimizar de manera individual.

De acuerdo con la invención se logró aumentar la fuerza adhesiva de la cinta adhesiva sobre acero a más del doble, con respecto a la fuerza adhesiva de la segunda capa polimérica sobre acero, cuando esta capa se encuentra sobre un soporte convencional. También con respecto a la fuerza adhesiva de la primera capa polimérica viscoelástica sobre acero, la fuerza adhesiva de la cinta adhesiva de acuerdo con la invención sobre acero es de más del doble. Las cintas adhesivas poseen además elevados tiempos de resistencia a cizalladura a temperaturas elevadas (por ejemplo, a 70 °C).

Las propiedades viscoelásticas de una capa y las propiedades cohesivas de una capa adicional se pueden describir cuantitativamente mediante sus porcentajes elásticos.

La primera capa polimérica viscoelástica presenta muy de manera ventajosa un porcentaje elástico inferior al 80 %, preferentemente inferior al 75 %; pero de manera más preferente superior al 50 % en peso, más preferentemente superior al 60 %.

La segunda capa polimérica presenta de manera muy ventajosa un porcentaje elástico superior al 80 %, preferentemente superior al 85 %, de manera muy preferente superior al 90 %.

La tercera capa polimérica presenta de manera muy ventajosa un porcentaje elástico superior al 80 %, preferentemente superior al 85 %, de manera muy preferente superior al 90 %.

Por lo tanto, la descripción comprende además una cinta adhesiva de al menos dos capas, de adhesividad al menos en una sola cara, que se caracteriza por una primera capa polimérica viscoelástica con un porcentaje elástico del 80 % como máximo, y una segunda capa polimérica adyacente a la primera capa polimérica, que presenta un porcentaje elástico de al menos el 80 % o más.

La fuerza adhesiva sobre acero de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención por el lado de la segunda capa polimérica también en este caso es de al menos 10 N/cm o más, preferentemente de al menos 15 N/cm o más, de manera especialmente preferente de 17 N/cm o más.

Fundamentalmente es posible que tanto para la primera capa polimérica viscoelástica así como para la segunda y la tercera capa polimérica se usen independientemente uno de otro todos los polímeros; en particular cuando se satisfacen las condiciones para la cinta adhesiva resultante con respecto a las fuerzas adhesivas hacia el exterior.

Se comprobó que es particularmente ventajoso que la primera capa polimérica viscoelástica sea una a base de poliacrilato o a base de poliuretano. Pero también es posible realizar una primera capa polimérica viscoelástica a base de caucho, en particular a base de caucho natural, y ha llevado a buenos resultados.

Como polímeros para la segunda y/o la tercera capa polimérica es posible usar excelentemente, independientemente uno de otro, poliacrilatos, cauchos sintéticos (por ejemplo cauchos de estireno-butadieno-estireno; cauchos de estireno-isopreno-estireno, derivados hidrogenados de los cauchos mencionados anteriormente) y mezclas poliméricas de poliacrilatos y cauchos sintéticos.

Se prefieren particularmente las cintas adhesivas en las que tanto la primera como la segunda capa polimérica se basan en poliacrilato (en particular que pueden obtenerse a partir de una mezcla de monómeros que comprende al menos el 50 %, preferentemente al menos el 80 %, de manera muy especialmente preferente exclusivamente monómeros de acrilato y/o metacrilato), de manera particularmente preferente también la tercera capa polimérica.

Es decir, que para ejecutar la idea inventiva resulta ventajoso al menos un sistema de dos capas, en concreto una primera capa polimérica viscoelástica, de manera ventajosa una del tipo descrito en la reivindicación 1 (es decir, a base de un polímero reticulado que puede obtenerse mediante la polimerización de una composición de monómeros del 65 al 97 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 0 al 30 % en peso de acrilato de metilo, del 3 al 15 % en peso de ácido acrílico), así como una segunda capa polimérica (que a continuación también se denomina capa de masa autoadhesiva dado que adopta en la cinta adhesiva la función que actúa de forma autoadhesiva con el exterior); de manera ventajosa una del tipo descrito en la reivindicación 1 para esta capa (es decir, a base de polímero que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo y del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico, estando reticulada la capa de

masa autoadhesiva de forma térmica con el uso de un derivado de epoxiciclohexilo).

Sobre el lado posterior de la capa polimérica viscoelástica es posible que para estabilizar y para cubrir se proporcione por ejemplo un forro o un material de lámina convencional, de manera que exista al menos un sistema de tres capas que comprenda el sistema adhesivo de al menos dos capas de acuerdo con la invención.

5 En el caso de capas poliméricas viscoelásticas suficientemente gruesas también es posible que el lado alejado de la capa de masa autoadhesiva, el lado expuesto de la capa polimérica viscoelástica en los sistemas de dos capas, se estabilice mediante una reticulación intensa por medio de un proceso de reticulación con poca profundidad de penetración, de manera que únicamente se somete a reticulación intensa una parte del grosor de la capa de soporte viscoelástico, en tanto que en el otro lado de la capa adhesiva viscoelástica orientado hacia la capa de masa autoadhesiva se conservan las propiedades viscoelásticas.

10 Para el empleo de las cintas adhesivas resulta ventajoso ofrecer cintas adhesivas al menos de doble cara, es decir, usar sistemas adhesivos de al menos tres capas en los que sobre el otro lado de la primera capa polimérica viscoelástica (sobre la superficie de la capa polimérica viscoelástica alejada de la segunda capa polimérica (capa de masa autoadhesiva)) se proporciona directa o indirectamente una capa de masa adhesiva adicional.

15 Para una realización muy ventajosa de la cinta adhesiva de acuerdo con la invención ambas capas de adhesivo son capas de masa autoadhesiva del tipo mencionado, es decir, de las que presentan un porcentaje elástico superior al 80 % y/o en particular de las que en cada caso están basadas en un polímero que se obtiene mediante la polimerización de una composición de monómeros del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo y del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico, estando reticulada la capa de masa autoadhesiva de forma térmica mediante el uso de un derivado de epoxiciclohexilo.

20 En estos sistemas de cinta adhesiva ambos lados presentan las propiedades técnicas de adhesión ventajosas de manera que estos sistemas se pueden usar, por ejemplo para aquellas pegaduras de doble cara para las que se requieren elevadas fuerzas adhesivas.

25 En un perfeccionamiento la segunda y la tercera capa polimérica (las masas autoadhesivas en ambos lados de la cinta adhesiva de doble cara de acuerdo con la invención) son idénticas químicamente, físicamente o con respecto a sus dimensiones. Es ventajoso que la segunda y la tercera capa polimérica estén provistas de aditivos idénticos (en particular aditivos y/o materiales de relleno funcionales) y/o de cantidades idénticas de aditivos (en particular aditivos y/o materiales de relleno funcionales) (lo cual incluye que también es posible que ambas capas estén libres de aditivos y/o materiales de relleno).

30 Muy de manera favorable también es posible que la segunda y la tercera capa sean completamente idénticas (independientemente de impurezas insignificantes, imprecisiones de producción y otros aspectos, en particular no intencionados).

35 La fuerza adhesiva sobre acero de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención por el lado de la tercera capa polimérica (es decir, la fuerza adhesiva en el lado inferior de la cinta adhesiva) es en particular preferentemente de al menos 10 N/cm o más, de manera particularmente preferente de al menos 15 N/cm o más, de manera extraordinariamente preferente de 17 N/cm o más.

40 Se comprobó que es muy ventajoso que las capas de masa autoadhesiva no tengan resina, es decir, que a la(s) masa(s) autoadhesiva(s) no se le añadan resinas que aumenten la fuerza adhesiva. Como resinas que se adicionan habitualmente a las masas autoadhesivas para aumentar la fuerza adhesiva se consideran, por ejemplo, resinas de hidrocarburos alifáticos, resinas de hidrocarburos aromáticos, resinas de hidrocarburo alquilaromáticos, resinas de terpeno, resinas de terpeno-fenol, resinas de colofonias, (en particular resinas de colofonias hidrogenadas, no hidrogenadas o desproporcionadas), resinas de hidrocarburos funcionales, resinas naturales y similares. Las masas autoadhesivas de acuerdo con la invención se caracterizan por que es posible obtener muy buenas propiedades adhesivas también en ausencia de estas y otras resinas adhesivas, a pesar de que las masas autoadhesivas en sí son muy cohesivas y poco autoadhesivas.

45 En un modo de proceder muy preferido la primera capa de poliacrilato viscoelástica está constituida por el polímero (es decir que de manera que la primera capa polimérica viscoelástica consta del polímero) que puede obtenerse mediante la polimerización de una composición de monómeros del 65 al 97 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo, del 0 al 30 % en peso de acrilato de metilo, del 3 al 15 % en peso de ácido acrílico, donde esta numeración de manera ventajosa es definitiva y en el polímero no se encuentra otros monómeros adicionales y/o en la capa de poliacrilato viscoelástica no se encuentran otros componentes adicionales. En una realización ventajosa de la invención la primera capa polimérica viscoelástica también está libre de aditivos y/o materiales de relleno.

50 De manera ventajosa una de las capas de masa autoadhesiva, preferentemente ambas capas de masa autoadhesiva están constituidas en cada caso por un polímero (es decir de manera que la segunda y/o la tercera capa polimérica están constituidas por el polímero) que puede obtenerse mediante la polimerización de una composición de monómeros del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo y del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico, donde de manera ventajosa también esta numeración es definitiva, es decir que en el polímero ya no se encuentran otros monómeros adicionales y en la(s) masa (s) adhesiva(s) tampoco se encuentran otros componentes adicionales.

60

65

Para la capa de poliacrilato viscoelástica resulta ventajoso que el intervalo de la relación de acrilato de etilhexilo con respecto a acrilato de butilo sea de al menos 1:1, preferentemente de 2:1 o superior.

5 Para la respectiva masa autoadhesiva resulta ventajoso que el intervalo de la relación de acrilato de etilhexilo con respecto a acrilato de butilo sea de al menos 1:1, preferentemente de 2:1 o superior.

10 Fundamentalmente resulta tanto más alta una tendencia indeseable a la cristalización de las cadenas laterales tanto mayor sea la proporción de radicales alquilo lineales y tanto más lineales sean los radicales alquilo. Mediante la relación de acrilato de etilhexilo con respecto a acrilato de butilo también es posible influir en la temperatura de transición a vidrio del polímero.

15 En particular para la manipulación, el almacenamiento y/o la oferta de las cintas adhesivas es posible que estas estén provistas en un lado o también en ambos lados de un material de separación (por ejemplo, siliconas, láminas, láminas o papeles siliconizados, películas o papeles de superficie tratada o similar; lo que se conoce como revestimiento).

20 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención también pueden comprender capas adicionales, siendo especialmente ventajoso sistemas de varias capas (secuencia de capas superior a tres). Es particularmente ventajoso cuando a este respecto una capa viscoelástica como la descrita está dotada de manera indirecta u opcionalmente directa con una capa de masa autoadhesiva como la descrita, en particular para garantizar el incremento de la fuerza adhesiva y/o la mejora de las propiedades técnicas de adhesión descritas en este documento.

25 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención se caracterizan por que se pueden producir como productos muy gruesos que además tienen elevadas fuerzas de adhesión. Estos productos se usan, por ejemplo, en el ramo de la construcción o en el caso de pegaduras en que es necesario compensar irregularidades o espacios huecos. Debido al buen comportamiento de relajación de la capa viscoelástica, las cintas adhesivas de acuerdo con la invención son adecuadas para absorber efectos de fuerza como esfuerzos mecánicos, impactos y similar, y disipar la energía. Por lo tanto las cintas adhesivas de acuerdo con la invención también son adecuadas en todos aquellos sitios en que se desea, por ejemplo, un efecto amortiguador de los golpes y/o amortiguador de sacudidas, como por ejemplo al pegar objetos frágiles, en el ramo de la electrónica o similar. Es particularmente ventajoso utilizar las cintas adhesivas de acuerdo con la invención cuando es necesario pegar unos con otros materiales que tienen diferentes coeficientes de dilatación térmica, dado que mediante sus propiedades de relajación las cintas adhesivas de acuerdo con la invención pueden disipar tensiones que resultan en particular con el calor debido a un comportamiento de dilatación diferente de los objetos y superficies que se pegaron una con otra. Las cintas adhesivas convencionales tienden a fallar en el caso de un comportamiento de dilatación muy diferente de los objetos pegados, es decir, se llega a la debilitación e incluso a la rotura del sitio de pegadura.

40 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención se pueden producir en los grosores "habituales" de cinta adhesiva de algunos hasta algunos cientos de micrómetros, pero de manera ventajosa también en grosores superiores a 300 μm , por ejemplo de 500 μm o más, 1000 μm o más, 1500 μm o más, 2000 μm o más, o también 3000 μm o más. Incluso también son realizables productos más gruesos.

45 Se comprobó que sobre las fuerzas adhesivas en un respectivo lado de la cinta adhesiva influyen por una parte el grosor de la capa de masa autoadhesiva proporcionada en el lado respectivo de la cinta adhesiva pero también por otra parte el grosor de la primera capa polimérica viscoelástica que se encuentra debajo de aquella, influencia que puede ser más o menos considerable.

50 Resulta ventajoso configurar las segundas y/o terceras capas poliméricas, en particular las capas de masa autoadhesiva con un grosor de capa de preferentemente hasta 100 μm ; mejor de hasta 75 μm . Resultaron ser particularmente ventajosos los grosores de capa de hasta 50 μm o también inferiores. Así, por ejemplo, es posible realizar cintas adhesivas dotadas a ambos lados con una capa de masa autoadhesiva de respectivamente 50 μm ; por ejemplo aquellas que tienen una capa intermedia viscoelástica con un grosor de 400 μm , de 900 μm , de 1400 μm o de 1900 μm o de 2400 μm .

55 Los polímeros utilizados para la primera capa polimérica viscoelástica, para la segunda capa polimérica y/o para la tercera capa polimérica presentan independientemente uno de otro preferentemente en cada caso un peso molecular promedio en peso (GPC; véase el método de medición A3) de al menos $M_w = 500.000 \text{ g/mol}$, preferentemente de al menos $M_w = 700.000 \text{ g/mol}$. Su peso molecular promedio en peso preferentemente no excede un valor de $M_w = 1.700.000 \text{ g/mol}$.

60 Los polímeros para las capas poliméricas se pueden producir excelentemente mediante polimerización por radicales libres, preferentemente en disolución, de acuerdo al estado de la técnica. En el caso de un procesamiento opcionalmente posterior a partir de la masa fundida se extrae el disolvente después de la polimerización.

65

La primera capa polimérica viscoelástica preferentemente se forma en capa a partir de la masa fundida. Preferentemente tiene lugar una reticulación térmica de la capa polimérica.

5 La segunda y/o la tercera capa polimérica también se pueden formar a partir de la masa fundida, pero dado que estas capas habitualmente se producen en grosores de capa de hasta 100 μm también se pueden revestir excelentemente en disolución y secarse después.

10 La reticulación térmica de la primera capa polimérica viscoelástica y de la segunda y eventualmente la tercera capa polimérica [capa(s) de masa autoadhesiva] se puede efectuar al mismo tiempo, por ejemplo cuando la segunda capa polimérica y/o la tercera capa polimérica se revisten sobre la primera capa polimérica todavía no reticulada, o es posible formarlas juntas en una capa en un proceso común. Pero también es posible que las capas individuales sean reticuladas de forma térmica en procesos separados, por ejemplo cuando la segunda capa polimérica y/o la tercera capa polimérica se reviste(n) sobre la primera capa polimérica ya reticulada de forma térmica, y entonces ser reticulada(s) de forma térmica, o cuando la segunda y/o la tercera capa polimérica se forma(n) y somete(n) a reticulación térmica en otro sitio, por ejemplo sobre un sustrato temporal como, por ejemplo, un material de desprendimiento, y entonces ser aplicada(s) sobre la primera capa polimérica viscoelástica ya reticulada. Para este propósito puede ser en particular ventajoso que la capa polimérica viscoelástica y/o la segunda y/o la tercera capa polimérica se someta a tratamiento previo químico y/o físico, por ejemplo mediante tratamiento de corona y/o plasma y/o tratamiento corona reactivo y/o plasma reactivo (uso de gases como, por ejemplo, nitrógeno, oxígeno, flúor y/u otros) y/o tratamiento con llama (*flame-treatment*).

25 La producción de las cintas adhesivas de doble cara, en particular de tres capas, de acuerdo con la invención se puede efectuar en particular también de acuerdo a la exposición para los sistemas de tres y varias capas en el documento EP 05 792 143 A1. Los procedimientos de producción y revestimiento descritos en este se pueden utilizar de manera análoga también para las cintas adhesivas de este documento; por lo tanto el contenido de divulgación del documento EP 05 792 143 A1 se deberá considerar explícitamente incluido en la revelación presente en este documento. Lo mismo es aplicable para la exposición de las estructuras de producto descritas en el documento EP 05 792 143 A1.

30 También son objeto de la invención las cintas adhesivas que se pueden obtener de acuerdo con un método expuesto en este documento y/o que se pueden obtener de acuerdo con al menos un método expuesto en las reivindicaciones; en particular aquellas cintas adhesivas que se pueden obtener de acuerdo a un método expuesto en este documento y/o que se pueden obtener de acuerdo con al menos un método expuesto en las reivindicaciones que corresponden a la descripción en este documento y/o al menos corresponden a una de las reivindicaciones dirigidas al objeto.

35 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención tienen una alta transparencia (poca tendencia al amarilleo: las capas externas están libres de fotoiniciadores y nitrógeno, y las capas internas se encuentran protegidas contra la influencia de oxígeno mediante las capas externas).

40 En particular cuando no tiene gran importancia una gran transparencia de las cintas adhesivas para el uso pretendido es posible que a la capa polimérica viscoelástica y/o a una de las dos capas de masa autoadhesiva se le añadan materiales de relleno. La mezcla de una o varias de las sustancias de relleno mencionadas y/o diferentes también puede ser ventajosa para ajustar las propiedades viscoelásticas de la capa polimérica viscoelástica o para ajustar las propiedades de la segunda y/o de la tercera capa polimérica (capas de masa autoadhesiva). Así, por ejemplo, en un perfeccionamiento ventajoso de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención la capa polimérica viscoelástica está espumada. Para este propósito es ventajoso que al polímero se le agreguen uno o varios agentes de espumado que entonces se pueden usar para espumar la capa polimérica.

50 Como aditivos adecuados, en particular para la capa polimérica viscoelástica o el polímero a partir del que se produce esta capa, y/o como aditivos adecuados para las capas de masa autoadhesiva es posible usar, por ejemplo, agentes de espumado (de manera que finalmente es posible obtener cintas adhesivas espumadas, es decir aquellas con capa de poliacrilato viscoelástico espumado y/o capa(s) de masa adhesiva espumada). Los agentes de espumado adecuados son, por ejemplo, los microcuerpos huecos poliméricos expandibles (no expandidos y/o ya previamente expandidos total o parcialmente); en particular aquellos cuerpos huecos capaces de ser expandidos con la introducción de calor y/u otro tipo de energía, en particular esferas de polímero llenas de gas y/o líquido (cuya envoltura está constituida, por ejemplo, de un material termoplástico como poli(metacrilato de metilo) o poliestireno).

60 Los aditivos adecuados para una o varias de las capas de la cinta adhesiva de acuerdo con la invención, en particular para la capa polimérica viscoelástica son además esferas huecas de polímero, esferas sólidas de polímero, esferas huecas de vidrio, esferas sólidas de vidrio, esferas huecas de cerámica, esferas sólidas de cerámica, esferas de carbono ("*carbon micro balloons*").

65 Es posible aprovechar la adición de ácidos silícicos, de manera ventajosa precipitados, con ácido silícico de superficie modificada con dimetildiclorosilano para ajustar la resistencia a la cizalladura en caliente de la correspondiente capa polimérica (para aumentarla; también en este caso resulta ventajosa en particular la adición a

la primera capa polimérica viscoelástica). Este tipo de ácidos silícicos se pueden utilizar también excelentemente para productos transparentes. En particular es favorable para las cintas adhesivas transparentes que el ácido silícico se adicione en hasta 15 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de polímero. También en este caso se prefiere la adición a la primera capa viscoelástica.

5 Pero los materiales de relleno también se pueden seleccionar de tal manera que no influyan en la transparencia, o solamente de manera insignificante y/o de manera que no afecten el empleo planeado. Para este propósito preferentemente se eligen los materiales de relleno mencionadas anteriormente y/o diferentes cuya dilatación es tan insignificante que no provoquen un menoscabo óptico de la capa polimérica correspondiente.

10 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención también se pueden usar excelentemente sin materiales de relleno, de manera que no se adicionan materiales de relleno y/o aditivos a la primera capa polimérica viscoelástica y/o a la segunda y/o a la tercera capa polimérica (capas de masa autoadhesiva).

15 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención presentan una buena estabilidad frente a la humedad y al calor húmedo (ausencia de sales). Tienen una fuerza adhesiva muy alta; aparentemente se logró "distribuir" sobre dos capas diferentes las propiedades de comportamiento de flujo y una buena cohesión requeridas para buenas masas adhesivas, y por consiguiente poder realizar una mejor adaptación de estas propiedades. Un efecto de este tipo no era de esperarse, el experto más bien hubiera supuesto que las propiedades de flujo de las masas autoadhesivas
20 externas se apoderarían de la influencia sustancial sobre la totalidad de las propiedades técnicas de adhesión. Pero dado que las buenas propiedades de flujo de la capa de poliacrilato viscoelástica conducen a un buen flujo de todo el producto sobre el sustrato es posible dotar la(s) capa(s) de masa autoadhesiva con una cohesión relativamente alta sin que sufra menoscabo desfavorable la fuerza adhesiva de la cinta adhesiva.

25 Los resultados experimentales comprueban de manera representativa las propiedades favorables de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención.

Las cintas adhesivas (cintas adhesivas de montaje) en particular de tres o más capas de acuerdo con la invención se pueden usar particularmente bien en donde se exigen elevadas fuerzas de adhesión, en donde se requiere una
30 buena estabilidad frente al envejecimiento y al entorno climático (en este caso en particular poca tendencia al amarilleo y buena estabilidad frente a la humedad y al calor), y/o en donde es necesario compensar desniveles e irregularidades de los sustratos o de las uniones pegadas. Naturalmente las cintas adhesivas de acuerdo con la invención también se pueden utilizar excelentemente en donde los requisitos sean menores.

35 Las cintas adhesivas de acuerdo con la invención son particularmente adecuadas para pegar letreros y/o anuncios publicitarios (en particular transparentes), para pegaduras de paredes de vidrio en interiores y/o exteriores así como para la pegadura de vidrios en interiores y/o exteriores.

Otros campos de aplicación que son excelentemente adecuados para las cintas adhesivas de acuerdo con la
40 invención son, por ejemplo, el sector de la construcción de edificios, de la remodelación de edificios, del equipamiento de edificios y el de la arquitectura (en cada caso en interiores y/o exteriores), el campo de mantenimiento del hogar, la construcción de modelos, la producción de muebles, la industria del automóvil, la construcción de barcos y aviones, la industria electrónica y eléctrica (por ejemplo para los equipos electrónicos de entretenimiento, línea blanca, línea marrón, en virtud de la buena estabilidad térmica también la línea roja), el sector
45 de tráfico (letreros de calles y similares) por mencionar solo algunos.

Debido al buen comportamiento de relajación de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención se pueden usar excelentemente como o para la producción de módulos de amortiguamiento (en particular para influencias mecánicas tales como, por ejemplo, impactos, influencias acústicas como, por ejemplo, ruido).

50 Parte experimental

Los siguientes experimentos a modo de ejemplo explicarán en detalle la invención, sin que mediante la elección de los ejemplos indicados se vea innecesariamente limitada la invención.

55 Métodos de medición:

Contenido en sólidos (método de medición A1):

60 El contenido en sólidos es una medida para el porcentaje de componentes que no se pueden evaporar en una disolución polimérica. Se determina de forma gravimétrica pesando la disolución, evaporando entonces durante 2 horas a 120 °C los porcentajes que pueden evaporarse en la estufa de secado y pesando de nuevo el residuo.

Valor K (según FIKENTSCHER) (método de medición A2):

El valor K es una medida del tamaño promedio de molécula de sustancias poliméricas superiores. Para la medición se produjeron disoluciones poliméricas en tolueno al uno por ciento (1 g/100 ml) y sus viscosidades cinemáticas se determinaron con la ayuda de un viscosímetro VOGEL-OSSAG. Después de normalizar a la viscosidad del tolueno se obtiene la viscosidad relativa a partir de la que se puede calcular el valor K de acuerdo con FIKENTSCHER (Polymer 8/1967, 381 y siguientes).

Cromatografía de permeación en gel GPC (método de medición A3):

Los datos del peso molecular promedio en peso M_w y la polidispersidad PD en este documento se refieren a la determinación por cromatografía de permeación en gel. La determinación se efectúa con 100 μ l de muestra filtrada con filtro clarificante (concentración de muestra 4 g/l). Como eluyente se usa tetrahidrofurano con un 0,1 % en volumen de ácido trifluoroacético. La medición se lleva a cabo a 25 °C.

Como columna preliminar se usa una columna de tipo PSS-SDV, 5 μ , 10^3 Å, DI 8,0 mm - 50 mm. Para la separación se usan columnas de tipo PSS-SDV, 5 μ , 10^3 Å así como 10^5 Å y 10^6 Å con en cada caso DI 8,0 mm x 300 mm (columnas de la empresa Polymer Standards Service; detección mediante refractómetro diferencial Shodex RI71). La cantidad de flujo asciende a 1,0 ml por minuto. La calibración se efectúa frente a patrones de PMMA (calibración por poli(metacrilato de metilo)).

Ensayo de fuerza adhesiva de 180° (método de medición H1):

Una tira de 20 mm de ancho de una masa autoadhesiva de acrilato aplicada como capa sobre poliéster se aplicó sobre placas de acero que previamente se lavaron dos veces con acetona y una vez con isopropanol. La tira autoadhesiva se apretó dos veces sobre el sustrato con una fuerza de presión correspondiente a un peso de 2 kg. A continuación la cinta adhesiva se desprendió inmediatamente con una velocidad de 300 mm/min y con un ángulo de 180°. Todas las mediciones se llevaron a cabo a la temperatura ambiente.

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

Tiempo de resistencia a cizalladura (método de medición H2):

Una tira de 13 mm de ancho y más de 20 mm (por ejemplo, 30 mm) de largo de la cinta adhesiva se aplicó sobre una superficie de acero lisa que se lavó tres veces con acetona y una vez con isopropanol. La superficie de pegadura ascendió a 20 mm - 13 mm (longitud - anchura), sobresaliendo la cinta adhesiva del borde de la placa de ensayo (por ejemplo 10 mm de manera correspondiente a la longitud de 30 mm indicada anteriormente). A continuación la cinta adhesiva se apretó cuatro veces sobre el soporte de acero con una fuerza de presión que corresponde a un peso de 2 kg. Esta muestra se suspendió en vertical de manera que el extremo sobresaliente de la cinta adhesiva apunta hacia abajo.

En el extremo sobresaliente de la cinta adhesiva se fijó un peso de 1 kg, a la temperatura ambiente. La medición se lleva a cabo con condiciones climáticas normales (23 °C, 55 % de humedad del aire) y a 70 °C en un armario térmico.

Los tiempos de resistencia a cizalladura (tiempos hasta que la cinta adhesiva se desprende completamente del sustrato; interrupción de la medición a los 10.000 minutos) medidos se indican en minutos y corresponden al valor medio de tres mediciones.

Ensayo de microcizalladura (método de medición H3)

Este ensayo sirve para el examen rápido de la resistencia a la cizalladura de cintas adhesivas bajo carga de temperatura.

Preparación de la muestra de medición para ensayo de microcizalladura:

Una cinta adhesiva (longitud aproximadamente 50 mm, anchura 10 mm) cortada de la respectiva muestra de prueba se pega sobre una placa de ensayo de acero limpiada con acetona, de manera que la placa de acero sobresale a la izquierda y la derecha de la cinta adhesiva y que la cinta adhesiva sobresale de la placa de prueba 2 mm en el borde superior. La superficie de pegadura de la muestra es de altura \cdot anchura = 13 mm \cdot 10 mm.

Sobre el sitio de la adhesión se hace a rodar continuación seis veces un rodillo de acero de 2 kg con una velocidad de 10 m/min. La cinta adhesiva se refuerza enrasada con una tira adhesiva estable que sirve como apoyo para el detector de medición de recorrido. La muestra se suspende en vertical mediante la placa de prueba.

Ensayo de microcizalladura:

La muestra de prueba que va a medirse se carga en el extremo inferior con un peso de 1000 g. La temperatura de la prueba es de 40 °C, la duración de la prueba es de 30 minutos (15 minutos de carga y 15 minutos de descarga). El tramo de cizalladura después de la duración preestablecida de la prueba a temperatura constante se indica como resultado en μ m, concretamente como valor máximo ["max"; tramo de cizalladura máximo mediante carga de 15

minutos]; como valor mínimo ["min"; tramo de cizalladura ("desviación residual") 15 minutos después de la descarga; con la descarga tiene lugar un movimiento de retorno por relajación]. Se indica así mismo la parte elástica en porcentaje ["elast"; porcentaje elástico = (max - min) x 100 / max].

5 Fuerza adhesiva de 90° sobre acero - lado expuesto y lado cubierto (método de medición V1):

La determinación de la fuerza adhesiva sobre acero se lleva a cabo con condiciones climáticas de prueba de 23 °C +/- 1 °C de temperatura y un 50 % +/- un 5 % de humedad relativa del aire. Las muestras se cortaron a una anchura de 20 mm y se pegaron sobre una placa de acero. La placa de acero se limpia y acondiciona antes de la medición. Para este propósito la placa de acero primero se limpia con acetona y entonces se deja reposar 5 minutos al aire para que se evapore el disolvente.

Material compuesto de tres capas:

El lado alejado del sustrato de prueba del material compuesto de tres capas se cubrió entonces con una hoja de aluminio de 50 µm, mediante lo cual se evita que la muestra se dilate durante la medición. Después de esto se efectuó el rodamiento de la muestra de prueba sobre el sustrato de acero. Para este propósito se hizo rodar 5 veces en vaivén un rodillo de 2 kg con una velocidad de rodamiento de 10 m/min sobre la cinta. Inmediatamente después del rodamiento la placa de acero se metió dentro de un soporte especial que permite desprender la muestra verticalmente hacia arriba con un ángulo de 90°. La medición de la fuerza adhesiva se efectuó con una máquina de prueba de aprisionamiento - tracción. Al aplicar el lado cubierto sobre la placa de acero el lado expuesto del material compuesto de tres capas se aplica en primer lugar contra la hoja de aluminio de 50 µm, el material de separación se retira y se pega sobre la placa de acero, se somete a rodamiento de manera análoga y se mide. Los resultados de la medición de ambos lados, expuesto y cubierto se indican en N/cm y son el promedio de tres mediciones.

Muestra sobre una lámina de PET de 23 µm:

La muestra de prueba de una sola cara se aplicó sobre el sustrato de acero y a continuación se apretó 5 veces con un rodillo de 2 kg con una velocidad de rodamiento de 10 m/min. Inmediatamente después del rodamiento la placa de acero se metió en un soporte especial que permite desprender verticalmente hacia arriba la prueba con un ángulo de 90°. La medición de la fuerza de adhesión se efectuó con una máquina de prueba de aprisionamiento-tracción. Los resultados de las mediciones se indican en N/cm y son el promedio de tres mediciones.

Tiempo de resistencia a cizalladura - lado expuesto y cubierto (método de medición V2):

La preparación de la muestra se llevó a cabo con condiciones climáticas de prueba de 23 °C +/- 1 °C de temperatura y un 50 % +/- un 5 % de humedad relativa del aire. La muestra de prueba se cortó a 13 mm y se pegó sobre una placa de acero. La superficie de pegadura es de 20 mm · 13 mm (longitud · anchura). La placa de acero se limpia y acondiciona antes de la medición. Para este propósito la placa de acero en primer lugar se limpia con acetona y después se deja reposar 5 minutos al aire para que el disolvente se pueda evaporar. Después de la pegadura el lado expuesto se refuerza con una hoja de aluminio de 50 µm y se hizo rodar sobre ella 2 veces en vaivén un rodillo de 2 kg. A continuación se aplicó un lazo de correa en el extremo sobresaliente del material compuesto de tres capas. Todo esto se suspendió entonces en un dispositivo adecuado y se sometió a una carga de 10 N. El dispositivo de suspensión está constituido de manera que la carga del peso en la prueba ocurre con un ángulo de 179° +/-1. Mediante esto se garantiza que el material compuesto de tres capas no se puede desprender del canto inferior de la placa. El tiempo de resistencia a la cizalladura medido, el tiempo entre la suspensión y la caída de la muestra se indica en minutos y corresponde al valor promedio de tres mediciones. Para la medición del lado cubierto se refuerza primero el lado expuesto con la hoja de aluminio de 50 µm, se retira el material de separación y se pega sobre la placa de prueba de manera análoga a la descripción. La medición se lleva a cabo en condiciones climáticas normales (23 °C, 55 % de humedad del aire).

Ensayo de gancho de pared (método de medición V3):

La figura 3 muestra la producción de capas adhesivas de poliacrilato (capa A y/o C). Una muestra de prueba (3.1) con tamaño de 30 mm · 30 mm fijada entre dos placas de acero (3.2) pulidas se aprieta durante 1 minuto con 0,9 kN (fuerza P). Después de esto se atornilla un brazo de palanca (3.3) de 9 cm de longitud en la placa de acero superior y este a continuación se carga con un peso (3.4) de 1000 g. Se tiene cuidado de que el tiempo entre el apriete y la aplicación de la carga no sea superior a dos minutos (t ≤ 2 min).

Se mide el tiempo de sujeción, es decir, el tiempo entre la suspensión y la caída de la muestra. Como resultado el tiempo de sujeción se indica en minutos como valor medio de una determinación triple. Las condiciones climáticas de la prueba son de 23 °C +/- 1 °C y 50 % de H.R. ± 5 % de H.R. (H.R.: humedad relativa). Se midió en cada caso el lado expuesto y el lado cubierto.

Productos químicos utilizados comercialmente disponibles

<i>Compuesto químico</i>	<i>Nombre comercial</i>	<i>Fabricante</i>	<i>Nº de CAS</i>
Peroxidocarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo)	Perkadox® 16	Akzo Nobel	15520-11-3
2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), AIBN	Vazo® 64	DuPont	78-67-1
Tetraglicidéter de pentaeritrol	Polypox® R16	UPPC AG	3126-63-4
	Denacol™ EX-411	Nagase Chemtex Corp.	
3,4-epoxiciclohexilmetil-3,4-epoxiciclohexanocarboxilato	Uvacure® 1500	Cytec Industries Inc.	2386-87-0
Trietilentetramina	Epikure® 925	Hexion Speciality Chemicals	112-24-3
Acetilacetato de aluminio(III)		Sigma-Aldrich	13963-57-0
Acido silícico precipitado con dimetilclorosilano con superficie modificada	Aerosil® R 972	Evonik Industries	68611-44-9

I. Producción de la masa adhesiva PA1 a PA5

5 A continuación se describe la preparación de los polímeros de partida. Los polímeros sometidos a ensayo se producen de manera convencional mediante una polimerización por radicales libres en disolución.

Autoadhesivo de poliacrilato 1 (PA 1):

10 Un reactor de vidrio de 100 l convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 2,0 kg de ácido acrílico, 13,0 kg de acrilato de butilo, 25,0 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h de tiempo de reacción se añadieron nuevamente 30 g de AIBN. Después de 4 y 8 h se diluyó con respectivamente 10,0 kg de mezcla de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores restantes se agregaron después de 8 y después de 10 h en cada caso 90 g de peroxidocarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió después de 24 h de tiempo de reacción y se enfrió hasta temperatura ambiente. A continuación el poliacrilato se mezcló con un 0,2 % en peso de Uvacure® 1500, se diluyó con acetona hasta un contenido en sólidos del 30 % y entonces se recubrió a partir de la disolución sobre una película de separación siliconizada (50 µm de poliéster) o sobre una película de PET corroída de 23 µm de grosor. (Velocidad de recubrimiento: 2,5 m/min, canal de secado: 15 m, temperaturas: zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3: 95 °C, zona 4: 105 °C). La aplicación de masa ascendió a 50 g/m².

Autoadhesivo de poliacrilato 2 (PA 2):

30 Un reactor de vidrio de 100 l convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 4,0 kg de ácido acrílico, 12,0 kg de acrilato de butilo, 24,0 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h de tiempo de reacción se añadieron a su vez 30 g de AIBN. Después de 4 y 8 h se diluyó con respectivamente 10,0 kg de mezcla de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores restantes se agregaron después de 8 y después de 10 h en cada caso 90 g de peroxidocarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió después de 24 h de tiempo de reacción y se enfrió hasta temperatura ambiente. A continuación el poliacrilato se mezcló con un 0,2 % en peso de Uvacure® 1500, se diluyó con acetona hasta un contenido en sólidos del 30 % y entonces se recubrió a partir de la disolución sobre una película de separación siliconizada (50 µm de poliéster) o sobre una película de PET corroída de 23 µm de grosor. (Velocidad de recubrimiento: 2,5 m/min, canal de secado: 15 m, temperaturas: zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3: 95 °C, zona 4: 105 °C). La aplicación de masa ascendió a 50 g/m².

Autoadhesivo de poliacrilato 3 (PA 3):

45 Un reactor de vidrio de 100 l convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 4,8 kg de ácido acrílico, 11,6 kg de acrilato de butilo, 23,6 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h de tiempo de reacción se añadieron a su vez 30 g de AIBN. Después de 4 y 8 h se diluyó con respectivamente 10,0 kg de mezcla de acetona/gasolina 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores restantes se agregaron después de 8 y después de 10 h en cada caso 90 g de peroxidocarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió después de 24 h de tiempo de reacción y se enfrió hasta temperatura ambiente. A continuación el poliacrilato se mezcló con un 0,2 % en peso

de Uvacure® 1500, se diluyó con acetona hasta un contenido en sólidos del 30 % y entonces se recubrió a partir de la disolución sobre una película de separación siliconizada (50 µm de poliéster) y sobre una película de PET corroída de 23 µm de grosor. (Velocidad de recubrimiento: 2,5 m/min, canal de secado: 15 m, temperaturas: zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3: 95 °C, zona 4: 105 °C). La aplicación de masa ascendió a 50 g/m².

5

Ejemplo comparativo autoadhesivo de poliacrilato 4 (PA 4):

Se utilizó la masa básica PA 3, que a continuación después del enfriamiento se mezcló con un 0,2 % en peso de acetilacetato de aluminio (III) (disolución al 3 % en isopropanol), se diluyó con acetona hasta un contenido en sólidos del 30 % y entonces se recubrió a partir de la disolución sobre una película de separación siliconizada (50 µm de poliéster) o sobre una película de PET corroída de 23 µm de grosor. (Velocidad de recubrimiento: 2,5 m/min, canal de secado: 15 m, temperaturas: zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3: 95 °C, zona 4: 105 °C). La aplicación de masa ascendió a 50 g/m².

10

Ejemplo comparativo autoadhesivo de poliacrilato 5 (PA 5):

Se utilizó la masa básica PA 3, que a continuación después del enfriamiento se mezcló con un 0,25 % en peso de Polypox® R16 como agente reticulante y un 0,18 % en peso de Epikure 925 como acelerador, se diluyó con acetona hasta un contenido en sólidos del 30 % y entonces se recubrió a partir de la disolución sobre una película de separación siliconizada (50 µm de poliéster) o sobre una película de PET corroída de 23 µm de grosor. (Velocidad de recubrimiento: 2,5 m/min, canal de secado: 15 m, temperaturas: zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3 : 95 °C, zona 4: 105 °C). La aplicación de masa ascendió a 50 g/m².

20

Tabla 1: Datos característicos de los polímeros

	Tg [°C]	Valor K	Mn [g/mol]	Mw [g/mol]	D
PA 1	-45,2	47,5	90.452	1.501.700	16,6
PA 2	-41,6	46,9	88.142	1.500.900	17,0
PA 3	-39,1	46,2	85.147	1.499.000	17,6
PA 4	-39,1	46,2	85.142	1.499.000	17,6
PA 5	-39,1	46,2	85.142	1.499.000	17,6

Tg = temperatura de transición vítrea estática, D = Mw/Mn = polidispersidad

25

Para la medición de las propiedades técnicas de adhesión de la masa autoadhesiva sin soporte viscoelástico se revistieron los polímeros a partir de la disolución sobre una película de PET de 23 µm de grosor y se secaron. Mediante los resultados de la tabla 2 se puede verificar que tanto en el caso de las masas autoadhesivas PA 1 - 3 como en el caso de las masas autoadhesivas comparativas PA 4 y PA 5 se trata de masas muy cohesivas con una fuerza adhesiva moderada sobre acero. La reticulación no de acuerdo con la invención de la masa autoadhesiva mediante coordinación del ácido acrílico con acetilacetato de aluminio (III) o la reticulación térmica básicamente acelerada mediante un glicidil éter lleva a claras pérdidas en cuanto a la resistencia a la cizalladura en calor (tiempos de resistencia a cizalladura a 70 °C).

30

Tabla 2: Datos técnicos de adhesión de la masa autoadhesiva PA 1-5 sobre película de PET de 23 µm

	Fuerza adhesiva acero 180° [N/cm]	Fuerza adhesiva acero 90° [N/cm]	Tiempos de resistencia a cizalladura 23 °C [min]	Tiempos de resistencia a cizalladura 70 °C [min]	MSW max [µm]	Porcentaje elástico [%]
PA 1	5,7	6,0	5442	180	532	92
PA 2	5,8	6,1	> 10.000	220	470	95
PA 3	6,3	6,6	> 10.000	251	416	97
PA 4	6,3	6,6	> 10.000	25	450	92
PA 5	6,3	6,6	> 10.000	44	297	97

Fuerza adhesiva sobre acero 180° = método de medición H1
 Fuerza adhesiva sobre acero 90° = método de medición V1
 Tiempos de resistencia a cizalladura 23° y 70 °C = método de medición H2
 MSW = ensayo de microcizalladura = método de medición H3

35

II Producción de los polímeros de partida para los soportes viscoelásticos de los ejemplos VT 1 a 19

A continuación se describe la preparación de los polímeros de partida. Los polímeros sometidos a ensayo se produjeron convencionalmente a través de una polimerización por radicales libres en disolución.

40

Polímero de base HPT 1

Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 55,2 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 20,8 kg de acrilato de metilo, 4,0 kg de ácido acrílico y 53,3 kg de acetona/isopropanol (94:6). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 40 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h se añadieron de nuevo 40 g de AIBN, y después de 4 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (94:6).

Después de 5 así como también después de 7 h se reinició respectivamente con 120 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). Después de 22 h de tiempo de reacción se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato tiene un valor K de 59,5, un contenido en sólidos del 55,9 %, un peso molecular medio de $M_w = 764.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 8,6 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -40,0$ °C.

Polímero de base HPT 2

Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 54,4 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 20,0 kg de acrilato de metilo, 5,6 kg de ácido acrílico y 53,3 kg de acetona/isopropanol (94:6). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 40 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h se añadieron de nuevo 40 g de AIBN, y después de 4 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (94:6).

Después de 5 así como también después de 7 h se reinició respectivamente con 120 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). Después de 22 h de tiempo de reacción se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato tiene un valor K de 58,8, un contenido en sólidos del 55,9 %, un peso molecular medio de $M_w = 746.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 8,9 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -35,6$ °C.

Polímero de base HPT 3

Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 52,4 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 18,0 kg de acrilato de metilo, 9,6 kg de ácido acrílico y 53,3 kg de acetona/isopropanol (94:6). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 40 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h se añadieron de nuevo 40 g de AIBN, y después de 4 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (94:6).

Después de 5 así como también después de 7 h se reinició respectivamente con 120 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). Después de 22 h de tiempo de reacción se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato tiene un valor K de 57,1, un contenido en sólidos del 55,9 %, un peso molecular medio de $M_w = 714.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 7,6 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -27,2$ °C.

Polímero de base HPT 4

Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 24,0 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 53,6 kg de acrilato de metilo, 2,4 kg de ácido acrílico y 53,3 kg de acetona/isopropanol (94:6). Después de pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se subió la temperatura del reactor hasta 58 °C y se añadieron 40 g de AIBN. A continuación el baño de calentamiento externo se calentó hasta 75 °C y la reacción se llevó a cabo de manera constante a esta temperatura externa. Después de 1 h se añadieron de nuevo 40 g de AIBN, y después de 4 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (94:6).

Después de 5 así como también después de 7 h se reinició respectivamente con 120 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexil). Después de 22 h de tiempo de reacción se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato tiene un valor K de 77,8, un contenido en sólidos del 55,9 %, un peso molecular medio de $M_w = 1.040.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 13,3 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -45,1$ °C.

Polímero de base HPT 5

Durante la polimerización de HPT 2 se añadió todavía adicionalmente un 5 % en peso (con respecto al polímero sólido) de Aerosil R 972.

El poliacrilato tiene un valor K de 58,8, un contenido en sólidos del 61,3 %, un peso molecular medio de $M_w = 746.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 8,9 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -43,6$ °C.

Polímero de base HPT 6

5 Durante la polimerización de HPT 2 se añadió todavía adicionalmente un 10 % en peso (con respecto al polímero sólido) de Aerosil R 972.

10 El poliacrilato tiene un valor K de 58,8, un contenido en sólidos del 62,4 %, un peso molecular medio de $M_w = 746.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 8,9 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -47,2$ °C.

Polímero de base HPT 7

15 Durante la polimerización de HPT 2 se añadió todavía adicionalmente un 15 % en peso (con respecto al polímero sólido) de Aerosil R 972.

El poliacrilato tiene un valor K de 58,8, un contenido en sólidos del 62,4 %, un peso molecular medio de $M_w = 746.000$ g/mol, polidispersidad D (M_w/M_n) = 8,9 y una temperatura de transición vítrea estática de $T_g = -49,7$ °C.

20 Para aclarar que solamente la combinación de acuerdo con la invención de la masa autoadhesiva débilmente autoadhesiva, cohesiva, con el soporte viscoelástico blando lleva a una cinta adhesiva con muy buenas propiedades técnicas de adhesión, en la tabla 3 se enumeran los datos de los polímeros que se usan para el soporte viscoelástico. Las muestras se produjeron de acuerdo con el procedimiento 1 y 2 como cinta adhesiva de transferencia con un grosor de capa de 900 µm. La concentración del agente reticulante corresponde a los ejemplos
25 MT 1 a MT 7.

Tabla 2: Datos técnicos de adhesión de la masa autoadhesiva PA 1 - 5 sobre película de PET de 23 µm

	Fuerza adhesiva acero 180° [N/cm]	Fuerza adhesiva acero 90° [N/cm]	Tiempos de resistencia a cizalladura 23 °C [min]	Tiempos de resistencia a cizalladura 70 °C [min]	MSW max [µm]	Porcentaje elástico [%]
PA 1	5,7	6,0	5442	180	532	92
PA 2	5,8	6,1	> 10.000	220	470	95
PA 3	6,3	6,6	> 10.000	251	416	97
PA 4	6,2	6,5	> 10.000	25	450	92
PA 5	6,3	6,6	> 10.000	44	297	97

Fuerza adhesiva sobre acero 180° = método de medición H1
 Fuerza adhesiva sobre acero 90° = método de medición V1
 Tiempos de resistencia a cizalladura 23° y 70 °C = método de medición H2
 MSW = ensayo de microcizalladura = método de medición H3

Procedimiento 1: Reconcentración/producción de los autoadhesivos de fusión:

30 Los copolímeros de acrilato (polímeros de base HPT 1 a HPT 7) se liberan considerablemente de disolvente (contenido residual en disolvente < 0,3 % en peso; compárese con los ejemplos individuales) por medio de prensa extrusora de un solo husillo (prensa extrusora de reconcentración, Berstoff GmbH, Alemania).

35 A modo de ejemplo se representan en este caso los parámetros de la reconcentración del polímero de base HPT 1. El número de revoluciones del husillo ascendió a 150 rpm, la corriente del motor de 15 A, se realizó un caudal de 58,0 kg de líquido/h. Para la reconcentración se aplicó un vacío en 3 domos diferentes. Las presiones negativas ascendieron en cada caso a entre 20 mbar y 300 mbar. La temperatura de salida de la masa fundida reconcentrada se encuentra en aproximadamente 115 °C. El contenido en sólidos fue del 99,8 % después de esta etapa de
40 reconcentración.

Procedimiento 2: Producción de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención, mezcla con el sistema de agente reticulante-acelerador para la reticulación térmica y el recubrimiento

45 Los autoadhesivos de fusión de acrilato producidos de acuerdo con el procedimiento 1 se fundieron en una prensa extrusora de alimentación (extrusora de transporte de un solo husillo de la empresa TROESTER GmbH & Co KG, Alemania), y con esta se transportaron como masa fundida de polímero a una extrusora de doble husillo (empresa LEISTRITZ, Alemania, Bez. LSM 30/34). La unidad se calienta eléctricamente desde el exterior y se enfría por aire mediante diferentes ventiladores, y está concebida de manera que con una buena distribución del sistema de agente

reticulante-acelerador en la matriz polimérica se garantiza simultáneamente un corto tiempo de permanencia de la masa adhesiva en la extrusora. Para este propósito los árboles mezcladores de la prensa extrusora de doble husillo se disponen de manera que se alternan elementos transportadores y mezcladores. La adición de los respectivos agentes reticulantes y aceleradores se efectúa con un equipo de dosificación adecuado, opcionalmente en varios sitios (figura 1: sitios de dosificación 1.1 y 1.2) y opcionalmente utilizando medios auxiliares de dosificación en las zonas de transporte libres de presión de la prensa extrusora de doble husillo.

Después de que la masa adhesiva terminada de combinar, es decir, mezclada con el sistema de agente reticulante-acelerador sale de la prensa extrusora de doble husillo (salida: boquilla redonda, 5 mm de diámetro) tiene lugar el recubrimiento de acuerdo con la figura 1 sobre un material de soporte en forma de cinta. El tiempo entre la dosificación del sistema de agente reticulante-acelerador hasta la formación o el recubrimiento se designa como tiempo de procesamiento. El tiempo de procesamiento indica el periodo de tiempo durante el cual la masa adhesiva mezclada con el sistema de agente reticulante-acelerador o la capa de soporte viscoelástica se puede revestir con una película óptica buena (sin gel, sin manchas). El recubrimiento se efectúa con velocidades de cinta de entre 1 m/min y 20 m/min, el cilindro rascador del mecanismo de aplicación de 2 cilindros no es impulsado. En los siguientes ejemplos y en las tablas 4 a 7 se describen en cada caso con mayor detalle las formulaciones usadas y las propiedades obtenidas.

Procedimiento 3: Producción de las estructuras de tres capas mediante calandria de 2 cilindros

El procedimiento se llevó a cabo tal como se describió en la figura 2. Por medio de la boquilla (1) distribuidora la masa (3) viscoelástica terminada de combinar con el sistema de agente reticulante-acelerador y opcionalmente materiales de relleno se alimenta al intersticio entre cilindros. La formación de la masa viscoelástica para dar una película viscoelástica se efectúa entre los cilindros (W1) y (W2) de calandria en el intersticio de cilindros entre dos masas (6a, 6b) autoadhesivas que por su parte se alimentan revestidas sobre materiales (5a, 5b) de soporte dotados para ser antiadhesivos. A este respecto se produce simultáneamente la formación de la masa viscoelástica al grosor de capa ajustado y el revestimiento con ambas masas autoadhesivas alimentadas. Para mejorar el anclaje de las masas (6a, 6b) autoadhesivas sobre la capa (4) de sustrato viscoelástica formada, las masas autoadhesivas se coronan previamente a la alimentación al intersticio de cilindros mediante estación Corona (8) (Unidad Corona de la empresa VITAPHONE, Dinamarca, 50 W x min/m²). Este tratamiento conduce tras la producción del material compuesto de tres capas un mejor enlace químico a la capa de soporte viscoelástica.

La velocidad de la cinta al recorrer la instalación de revestimiento asciende a 30 m/min.

Después de abandonar el intersticio de cilindros se descubre opcionalmente un soporte (5a) antiadhesivo y el producto (9) de tres capas terminado se enrolla con el segundo soporte (5b) antiadhesivo restante.

A continuación se presentan ejemplos concretos para la producción de las masas autoadhesivas y el revestimiento de las cintas adhesivas de acuerdo con la invención, sin que por la elección de las formulaciones, configuraciones y parámetros de proceso indicados se limite innecesariamente la invención.

Ejemplo MT 1

El polímero de base HPT 1 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 %) y a continuación se combinó de acuerdo al procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentarritrol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto al poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 1 viscoelástico a partir del polímero de base HPT 1 entre las capas de masa PA 3 recubiertas anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 1 viscoelástico ascendió a 900 µm. El rendimiento de corona ascendió a 50 W · min/m². Después de 7 días de almacenamiento a temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 1 están resumidos en la tabla 3.

Ejemplo MT 2

El polímero de base HPT 2 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,8 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentarritrol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 2 viscoelástico a partir del polímero de base HPT 3 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa

del soporte VT 2 viscoelástico ascendió a 900 μm . El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 2 están resumidos en la tabla 3.

5 Ejemplo MT 3

El polímero de base HPT 3 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,8 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 3 viscoelástico a partir del polímero de base HPT 3 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 3 viscoelástico ascendió a 900 μm . El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 3 están resumidos en la tabla 3.

20 Ejemplo MT 4

El polímero de base HPT 4 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,23 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 4 viscoelástico del polímero de base HPT 4 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 4 viscoelástico ascendió a 900 μm . El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 4 están resumidos en la tabla 3.

35 Ejemplo MT 5

El polímero de base HPT 5 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 5 viscoelástico del polímero de base HPT 5 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre películas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 5 viscoelástico ascendió a 900 μm . El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 5 están resumidos en la tabla 3.

50 Ejemplo MT 6

El polímero de base HPT 6 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,9 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925 ; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 6 viscoelástico del polímero de base HPT 6 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 6 viscoelástico ascendió a 900 μm . El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 6 están resumidos en la tabla 3.

65

Ejemplo MT 7

El polímero de base HPT 7 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,8 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925 ; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar el soporte VT 7 viscoelástico del polímero de base HPT 7 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa del soporte VT 7 viscoelástico ascendió a 900 µm. El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos del ejemplo MT 7 están resumidos en la tabla 3.

Ejemplos comparativos B 1 - 7

Para aclarar que solamente la combinación de acuerdo con la invención de la masa autoadhesiva débilmente autoadhesiva, cohesiva, con el soporte viscoelástico blando lleva a una cinta adhesiva con muy buenas propiedades técnicas de adhesión, en la tabla 3 se enumeran los datos de los polímeros que se usan para el soporte viscoelástico. Las muestras se produjeron de acuerdo con el procedimiento 1 y 2 con un grosor de capa de 900 µm sobre una película de PET de 23 µm. La concentración del agente reticulante corresponde a los ejemplos MT 1 a MT 7.

Tabla 4: Datos técnicos de adhesión de los soportes viscoelásticos

	Fuerza adhesiva acero [N/cm]	Tiempos de resistencia a cizalladura 23 °C [min]	Tiempos de resistencia a cizalladura 70 °C [min]	MSW max 100 g [µm]	Porcentaje elástico [%]
B 1	6,7	282	1	325	62
B 2	6,2	321	15	270	65
B 3	6,1	342	22	255	71
B 4	6,2	345	18	265	67
B 5	6,3	312	26	260	67
B 6	5,6	752	85	221	70
B 7	5,3	1023	122	198	73

Fuerza adhesiva sobre acero = método de medición H1
 Tiempos de resistencia a cizalladura a 23° y 70 °C = método de medición H2
 MSW = prueba de microcizalladura = método de medición H3

Ejemplo MT 8 - 11 (variación del grosor de capa)

El polímero de base HPT 2 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 % - 99,9 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y trietilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).

El recubrimiento para generar los sustratos VT 8- 11 viscoelásticos del polímero de base HPT 2 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa de los sustratos VT 8 - 11 viscoelásticos ascendió a 400, 1400, 1900 y 2900 µm. El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos de los ejemplos MT 8 - 11 están resumidos en la tabla 5.

Ejemplo MT 12 - 15 (variación de la concentración del agente reticulante en el soporte viscoelástico)

El polímero de base HPT 2 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 % - 99,9 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en:

- MT 12: 0,28 % en peso de tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; con respecto a poliacrilato) y 0,14 % en peso de trietilentetramina (Epikure® 925; con respecto a poliacrilato), así como
- MT 13: 0,38 % en peso de tetraglicidéter de pentartritol (Polypox® R16; con respecto a poliacrilato) y 0,14 % en peso de trietilentetramina (Epikure® 925; con respecto a poliacrilato).

Además el polímero de base HPT 4 se reconcentró de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 - 99,9 %) y a continuación se combinó de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en:

- MT 14: 0,18 % en peso de tetraglicidéter de pentarritrol (Polypox® R16; con respecto a poliacrilato) y 0,14 % en peso de triilentetramina (Epikure® 925; con respecto a poliacrilato), y
 MT 15: 0,28 % en peso de tetraglicidéter de pentarritrol (Polypox® R16; con respecto a poliacrilato) y 0,14 % en peso de triilentetramina (Epikure® 925; con respecto a poliacrilato).

- 10 El recubrimiento para generar los soportes VT 12-15 viscoelásticos de los polímeros de base HPT 2 y HPT 4 entre la capa de masa PA 3 recubierta anteriormente sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa de los soportes VT 12 - 15 viscoelásticos ascendió a 900 µm. El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Los datos de los ejemplos MT 12 - 15 están resumidos en la tabla 6.
- 15

Ejemplo MT 16 - 19 (variación de la masa autoadhesiva)

- 20 Los polímeros de base HPT 2 y HPT 4 se reconcentraron de acuerdo con el procedimiento 1 (contenido en sólidos del 99,7 - 99,9 %) y a continuación se combinaron de acuerdo con el procedimiento 2 de forma continua en la prensa extrusora de doble husillo con el sistema de agente reticulante-acelerador consistente en tetraglicidéter de pentarritrol (Polypox® R16; 0,34 % en peso con respecto a poliacrilato) y triilentetramina (Epikure® 925; 0,14 % en peso con respecto a poliacrilato).
- 25 El recubrimiento para generar los soportes VT 16 - 19 viscoelásticos de los polímeros de base HPT 2 y HPT 4 entre las capas de masa PA 3, PA 4 y PA 5 precedentemente revestidas sobre láminas de poliéster siliconizadas se efectúa en el mecanismo de aplicación de 2 cilindros a temperaturas de cilindro de 100 °C de acuerdo con el procedimiento 3. El grosor de capa de los soportes VT 8 - 19 viscoelásticos ascendió a 900. El rendimiento de corona ascendió a 50 W x min/m². Después de 7 días de almacenamiento la temperatura ambiente se midieron los datos técnicos de adhesión, en cada caso del lado expuesto y el cubierto. Las muestras se almacenaron además un mes a 60 °C y 85 % de humedad relativa del aire. Los datos de los ejemplos MT 16 - 19 están resumidos en la tabla 7.
- 30

Tabla 4: Estructura de producto y datos técnicos de adherencia en estructuras de tres capas con un grosor total de 1000 µm

Ejemplo	Producto de tres capas		Grosor de soporte [µm]	Fuerza adhesiva acero, [N/cm]		Tiempo de resistencia a cizalladura 10 N 23 °C [min]		Ensayo de gancho de pared [min]	
	Auto-adhesivo 1 50 g/m ² PA 3	Capa de soporte viscoelástica VT 1		Auto-adhesivo 2 50 g/m ² PA 3	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto
MT 1	50 g/m ² PA 3	VT 1	900	20,2	23,7	2018	2240	198	195
MT 2	50 g/m ² PA 3	VT 2	900	19,0	23,4	2210	2448	252	250
MT 3	50 g/m ² PA 3	VT 3	900	18,7	19,3	4500	4600	320	360
MT 4	50 g/m ² PA 3	VT 4	900	20,6	23,5	6620	6670	4250	4320
MT 5	50 g/m ² PA 3	VT 5	900	15,7	17,6	> 10000	> 10000	7540	7468
MT 6	50 g/m ² PA 3	VT 6	900	13,5	15,6	> 10000	> 10000	> 10000	> 10000
MT 7	50 g/m ² PA 3	VT 7	900	10,9	12,5	> 10.000	> 10.000	> 10.000	> 10.000

Fuerza adhesiva acero = Método de medición V1
 Tiempo de resistencia a cizalladura = Método de medición V2
 Ensayo de gancho de pared = Método de medición V3

Tabla 5: Estructura de producto y datos técnicos de adherencia de tres capas con diferentes espesores de soporte

Ejemplo	Producto de tres capas		Grosor de soporte [µm]	Fuerza adhesiva acero, [N/cm]		Tiempo de resistencia a cizalladura 10 N 23 °C [min]		Ensayo de gancho de pared [min]	
	Auto-adhesivo 1	Capa de soporte viscoelástica		Auto-adhesivo 2	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto
MT 8	50 g/m ² PA 3	HPT 2	400	15,9	17,9	1799	705	2249	2500
MT 2	50 g/m ² PA 3	HPT 2	900	19,0	23,4	2210	2448	252	250
MT 9	50 g/m ² PA 3	HPT 2	1400	27,6	30,1	2472	1309	79	85
MT 10	50 g/m ² PA 3	HPT 2	1900	29,5	32,6	2002	755	25	32
MT 11	50 g/m ² PA 3	HPT 2	2900	31,4	34,7	1433	468	9	9

Tabla 6: Estructura de producto y datos técnicos de adherencia de una estructura de tres capas con diferentes concentraciones de agente reticulante

Ejemplo	Producto de tres capas		Grosor de soporte [µm]	Fuerza adhesiva acero, [N/cm]		Tiempo de resistencia a cizalladura 10 N 23 °C [min]			Ensayo de gancho de pared [min]	
	Auto-adhesivo 1	Capa de soporte viscoelástica		Auto-adhesivo 2	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto
MT 12	50 g/m ² PA 3	HPT 2	900	25,9	27,9	729	715	1249	1248	
MT 2	50 g/m ² PA 3	HPT 2	900	19,0	23,4	2210	2448	252	250	
MT 13	50 g/m ² PA 3	HPT 2	900	17,6	18,1	3573	3709	3569	3855	
MT 14	50 g/m ² PA 3	HPT 4	900	23,5	25,6	802	755	25	32	
MT 4	50 g/m ² PA 3	HPT 4	900	20,6	23,5	6620	6670	4250	4320	
MT 15	50 g/m ² PA 3	HPT 4	900	19,4	19,7	> 10.000	> 10.000	> 10.000	> 10.000	

Tabla 7: Estructura de producto y datos técnicos de adherencia de una estructura de tres capas con diferentes capas de masa autoadhesiva y diferentes condiciones de almacenamiento

Ejemplo	Producto de tres capas			Grosor de soporte [μm]	Fuerza adhesiva acero, [N/cm]		Tiempo de resistencia a cizalladura 10 N 70 °C [min]		Tiempo de resistencia a cizalladura tras almacenamiento caliente-húmedo 10 N 23 °C [min]		Aspecto tras almacenamiento caliente-húmedo
	Auto-adhesivo 1	Capa de soporte viscoelástica	Auto-adhesivo 2		lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto	lado expuesto	lado cubierto	
MT 2	50 g/m ² PA 3	HPT 2	50 g/m ² PA 3	900	19,0	23,4	710	748	2252	2250	transparente
MT 16	50 g/m ² PA 4	HPT 2	50 g/m ² PA 4	900	20,6	22,5	20	25	250	320	turbio
MT 17	50 g/m ² PA 5	HPT 2	50 g/m ² PA 5	900	19,6	20,1	33	39	1569	1855	turbiedad amarilla
MT 4	50 g/m ² PA 3	HPT 4	50 g/m ² PA 3	900	20,6	23,5	1120	1070	4250	4320	transparente
MT 18	50 g/m ² PA 4	HPT 4	50 g/m ² PA 4	900	20,4	22,5	5	7	125	120	turbio
MT 19	50 g/m ² PA 5	HPT 4	50 g/m ² PA 5	900	19,4	19,7	123	152	3480	4036	turbiedad amarilla

REIVINDICACIONES

- 5 1. Cinta adhesiva de doble cara que comprende una primera capa polimérica viscoelástica, una segunda capa polimérica sobre el lado superior y una tercera capa polimérica sobre el lado inferior de la primera capa polimérica viscoelástica, caracterizada por que
- 10 - la primera capa polimérica viscoelástica se basa en un polímero que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros del 65 al 97 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo,
- del 0 al 30 % en peso de acrilato de metilo,
del 3 al 15 % en peso de ácido acrílico,
estando reticulada la capa intermedia viscoelástica,
- 15 - la segunda y la tercera capa polimérica son capas de masa autoadhesiva y se basan en un polímero que puede obtenerse mediante polimerización de una composición de monómeros
- 20 del 85 al 95 % en peso de acrilato de etilhexilo y/o acrilato de butilo,
del 5 al 15 % en peso de ácido acrílico,
estando reticuladas esta segunda y tercera capa polimérica de manera térmica con el uso de al menos un derivado de epoxiciclohexilo en ausencia de aceleradores y el agente reticulante de derivado de epoxiciclohexilo se encuentra en una cantidad total de hasta 0,4 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso del polímero que va a reticularse.
- 25 2. Cinta adhesiva de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la segunda y la tercera capa polimérica son químicamente idénticas.
- 30 3. Cinta adhesiva de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por un grosor de al menos 300 μm , preferentemente de al menos 500 μm , de manera muy preferente de al menos 1000 μm .
- 35 4. Cinta adhesiva de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la segunda y/o la tercera capa polimérica no presentan adición alguna de resinas adhesivas.
5. Cinta adhesiva de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el derivado de epoxiciclohexilo para la reticulación de la capa de masa autoadhesiva o de las capas de masa autoadhesiva es un epoxiciclohexilcarboxilato, preferentemente 3,4-epoxiciclohexilcarboxilato de (3,4-epoxiciclohexano)metilo.

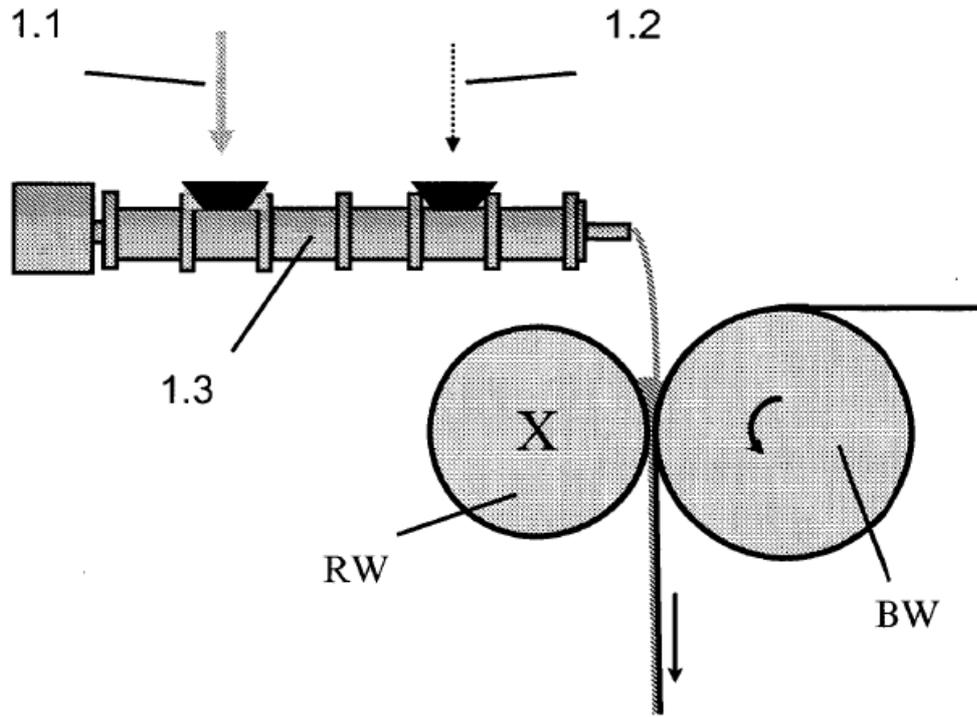


Fig. 1

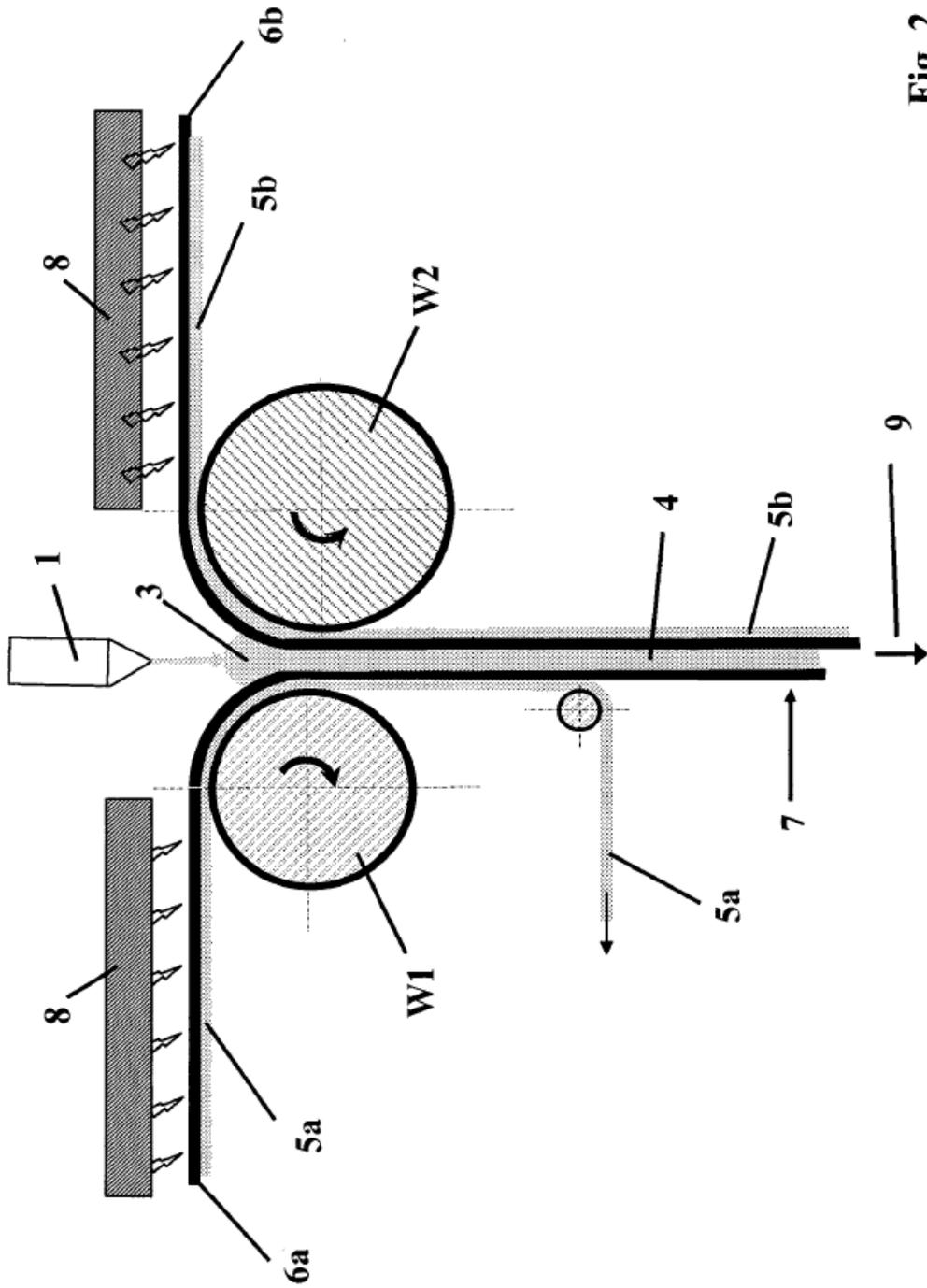


Fig. 2

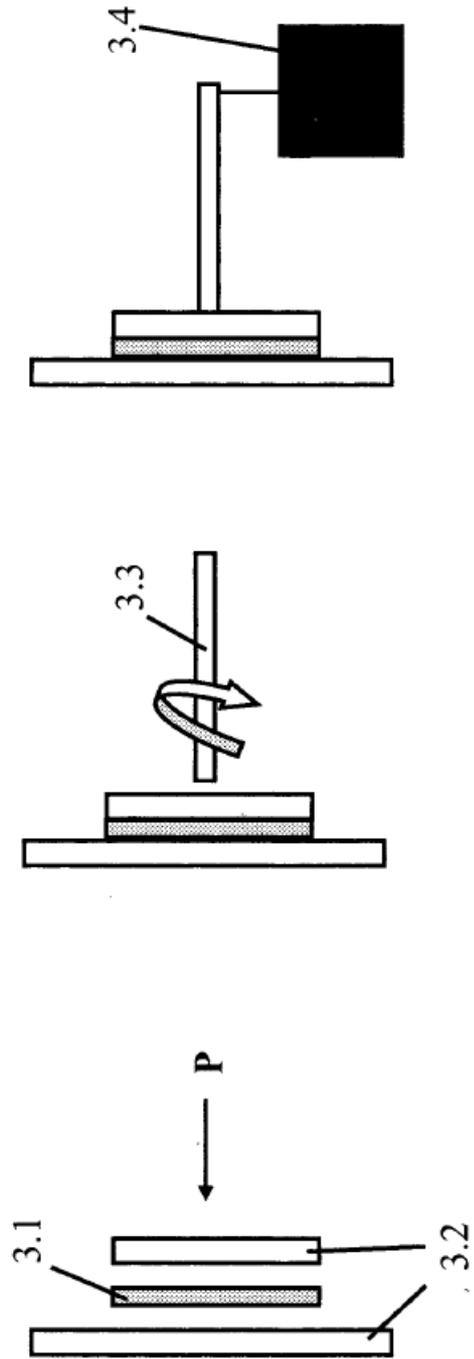


Fig. 3