

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **227891**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **415623**

(51) Int.Cl.
C09J 183/04 (2006.01)
C09J 7/02 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **07.01.2016**

(54) **Sposób wytwarzania fotoreaktywnych, sieciowanych promieniowaniem UV
silikonowych klejów samoprzylepnych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
17.07.2017 BUP 15/17

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.01.2018 WUP 01/18

(73) Uprawniony z patentu:

**ZACHODNIOPOMORSKI UNIWERSYTET
TECHNOLOGICZNY W SZCZECINIE,
Szczecin, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

ZBIGNIEW CZECH, Dobra, PL
ADRIAN KRZYSZTOF ANTOSIK, Tanowo, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Renata Zawadzka

PL 227891 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania fotoreaktywnych, sieciowanych promieniowaniem UV silikonowych klejów samoprzylepnych. Tego typu silikonowe kleje samoprzylepne mogą być stosowane po usieciowaniu UV do wytwarzania jednostronnych silikonowych odpornych na wysokie temperatury taśm łączących, używanych do łączenia ze sobą materiałów dehezyjnych o niskiej energii powierzchniowej, takich jak PE, PP czy też EPDM.

Z opisu wynalazku US 4,348,454 znane są sieciowane promieniowaniem UV lub strumieniem elektronów kompozycje silikonowe zawierające w swojej strukturze nienasycone grupy akrylanowe. Z publikacji międzynarodowej wynalazku WO 1992020751 A oraz europejskiego patentu EP 0587752 B znane są sieciowane UV kleje samoprzylepne na bazie silikonów oraz akrylanosilikonów. Amerykańskie patenty US 5,264,278, US 5,514,730 oraz US 5,907,018 opisują sieciowane promieniowaniem UV silikonowe kleje samoprzylepne na bazie fotoreaktywnych silikonoakrylanów. Z amerykańskiego patentu US 5,308,887 znane są bezrozpuszczalnikowe kleje samoprzylepne na bazie sieciowanych termicznie klejów silikonowych oraz sieciowanych UV klejów poliakrylanowych. Z publikacji międzynarodowej wynalazku WO 2014074336 A znane są sieciowane UV silikonowe kleje samoprzylepne zawierające fotoreaktywne związki sieciujące na bazie s-triazyn.

Zadaniem proponowanego wynalazku jest sposób wytwarzania nowych fotoreaktywnych sieciowanych rodnikowo promieniowaniem UV silikonowych klejów samoprzylepnych, które w porównaniu do wymienionych w stanie techniki fotoreaktywnych silikonowych klejów samoprzylepnych charakteryzujących się doskonałymi właściwościami samoprzylepnymi oraz doskonałą kohezją.

Sposób wytwarzania fotoreaktywnych, sieciowanych promieniowaniem UV silikonowych klejów samoprzylepnych, według wynalazku, charakteryzuje się tym, że do silikonowego kleju samoprzylepnego dodaje się wielofunkcyjne monomery (met)akrylanowe o stężeniu od 1 do 30% wagowych w stosunku do masy polimeru silikonowego oraz rodnikowy fotoinicjator o stężeniu od 0,05 do 10% wagowych w stosunku do sumarycznej masy polimeru silikonowego oraz wielofunkcyjnego monomeru (met)akrylanowego.

Korzystnie jako wielofunkcyjne monomery (met)akrylanowe stosuje się di-, tri- oraz tetra(met)akrylany.

Korzystnie jako fotoinicjatory rodnikowe stosuje się typowe fotoinicjatory rodnikowe I lub II rodzaju. Typ pierwszy obejmuje inicjatory, które w wyniku absorpcji promieniowania ulegają fotodysocjacji z utworzeniem pary rodników. Inicjatory drugiego rodzaju to dwuskładnikowe układy, w których wzbudzona cząsteczka fotoinicjatora reaguje z drugą – niewzbudzoną cząsteczką (zwaną koinicjatorem), dając odpowiedni rodnik.

Korzystnie do sieciowania stosuje się promieniowanie UV w zakresie od 200 do 400 nm.

Zaletą rozwiązania jest to, że wytworzone kleje charakteryzują się wysoką kleistością, wysoką adhezją oraz bardzo wysoką kohezją, szczególnie w podwyższonych temperaturach powyżej 240°C.

Wynalazek ilustrują bliżej poniższe przykłady wykonania. Podane procenty wagowe odnoszą się do całkowitej masy polimeru kleju samoprzylepnego w przypadku wielofunkcyjnych (met)akrylanów oraz do sumarycznej masy polimeru kleju samoprzylepnego oraz wielofunkcyjnego (met)akrylanu w przypadku rodnikowego fotoinicjatora. Podstawowe właściwości poszczególnych usieciowanych warstw usieciowanych UV silikonowych klejów samoprzylepnych, takie jak kleistość (tack), adhezja (przyczepność) oraz kohezja (wytrzymałość wewnętrzna) mierzono wg normy AFERA, używanej przez Europejskie Stowarzyszenie Producentów Produktów Samoprzylepnych: kleistość wg normy AFERA 4105, adhezję wg normy AFERA 4001 oraz kohezję w temperaturze 240°C wg normy AFERA 4012. W tabeli zamieszczono wyniki badań adhezji usieciowanych promieniowaniem UV silikonowych klejów samoprzylepnych do podłoża PE oraz EPDM.

Przykład 1

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego 280A (56% wag. polimeru) firmy Dow Corning zmieszano z 0,56 g (1% wag.) difunkcyjnego monomeru diakrylanu 1,6-heksanodiolu (HDDA) oraz 0,028 g (0,05% wag.) fotoinicjatora I rodzaju benzoiny. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano raklem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 60 g/m², który sieciowano 30 s promieniowaniem UV o natężeniu 850 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Przykład 2

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego 282 (56% wag. polimeru) firmy Dow Corning zmieszano z 16,8 g (30% wag.) trifunkcyjnego monomeru triakrylanu trimetylolopropanu (TMPTA) oraz 7,28 g (10% wag.) fotoinicjatora II rodzaju ketonu Michlera. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano raklem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 45 g/m², który sieciowano 20 s promieniowaniem UV o natężeniu 800 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Przykład 3

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego Q2-7566 (56% wag. polimeru) firmy Dow Corning zmieszano z 5,6 g (10% wag.) tetrafunkcyjnego monomeru pentaerytrylotetraakrylanu (PETA) oraz 3,08 g (5% wag.) fotoinicjatora I rodzaju Irgacure 184. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano raklem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 75 g/m², który sieciowano 40 s promieniowaniem UV o natężeniu 650 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Przykład 4

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego PSA 6574 (56% wag. polimeru) firmy Momentive zmieszano z 2,8 g (5% wag.) difunkcyjnego monomeru dimetakrylanu 1,6-heksanodiolu (HDDMA) oraz 1,18 g (2% wag.) fotoinicjatora II rodzaju fluorenonu. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano raklem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 90 g/m², który sieciowano 60 s promieniowaniem UV o natężeniu 480 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Przykład 5

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego PSA 915 (56% wag. polimeru) firmy Momentive zmieszano z 11,2 g (20% wag.) difunkcyjnego monomeru dimetakrylanu glikolu 1,2-etylenowego (EGDMA) oraz 2,69 g (4% wag.) fotoinicjatora II rodzaju antrachinonu. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano rakiem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 120 g/m², który sieciowano 45 s promieniowaniem UV o natężeniu 900 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Przykład 6 (porównawczy)

100 g silikonowego kleju samoprzylepnego 280A (56% wag. polimeru) firmy Dow Corning zmieszano z 0,028 g (0,05% wag.) fotoinicjatora I rodzaju benzoiny. Zmodyfikowany w ten sposób silikonowy klej samoprzylepny powlekano raklem na folii poliestrowej, a następnie suszono w suszarce przez 10 min w temperaturze 110°C, otrzymując samoprzylepny film klejowy o gramaturze 60 g/m², który sieciowano 30 s promieniowaniem UV o natężeniu 850 mJ/cm² pod lampą UV. Otrzymany w ten sposób usieciowany UV silikonowy film samoprzylepny badano na kleistość, adhezję oraz kohezję w 240°C oraz na adhezję do PE i EPDM. Badane właściwości uzyskanego silikonowego kleju samoprzylepnego przedstawiono w tabeli.

Tabela

Samoprzylepny klej silikonowy wg przykładu	Kleistość [N]	Adhezja [N]	Kohezja [N]	Adhezja do PE [N]	Adhezja do EPDM [N]
1	12,3	14,7	40	11,7	8,4
2	9,7	12,0	40	10,0	8,0
3	10,7	13,7	40	12,6	9,2
4	11,4	14,2	40	13,3	9,6
5	12,9	17,6	40	14,7	10,3
6	14,6 pk	16,9 pk	2	15,3 pk	9,1 pk

pk-pęknięcie kohezyjne (występuje w przypadku niedostatecznego usieciowania bądź braku usieciowania kleju samoprzylepnego)

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania fotoreaktywnych, sieciowanych promieniowaniem UV silikonowych klejów samoprzylepnych, **znamienny tym**, że do silikonowego kleju samoprzylepnego dodaje się wielofunkcyjne monomery (met)akrylanowe o stężeniu od 1 do 30% wagowych w stosunku do masy polimeru silikonowego oraz rodnikowy fotoinicjator o stężeniu od 0,05 do 10% wagowych w stosunku do sumarycznej masy polimeru silikonowego oraz wielofunkcyjnego monomeru (met)akrylanowego.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako wielofunkcyjne monomery (met)akrylanowe stosuje się di-, tri- lub tetra(met)akrylany.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako fotoinicjatory rodnikowe stosuje się fotoinicjatory rodnikowe I lub II rodzaju.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do sieciowania stosuje się promieniowanie UV w zakresie od 200 do 400 nm.