



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 275 726**

51 Int. Cl.:
C08J 9/32 (2006.01)
C09J 11/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01968279 .8**
86 Fecha de presentación : **29.08.2001**
87 Número de publicación de la solicitud: **1315772**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **04.06.2003**

54 Título: **Adhesivo reticulado espumado sensible a la presión y método para preparar el mismo.**

30 Prioridad: **04.09.2000 JP 2000-267593**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.06.2007

73 Titular/es: **3M Innovative Properties Company**
3M Center, P.O. Box 33427
St. Paul, Minnesota 55133-3427, US

72 Inventor/es: **Mino, Yasuhiro**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 275 726 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

Adhesivo reticulado espumado sensible a la presión y método para preparar el mismo.

5 **Campo de la invención**

Esta invención se refiere a un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión y, particularmente, a un adhesivo de este tipo que puede usarse eficazmente como material tamponante, como material de relajación de tensión, como material sellante o como una combinación de los mismos, y también al método de producción del mismo.

10 **Antecedentes de la invención**

Puesto que los cuerpos espumados presentan la propiedad de absorber la vibración, se han empleado ampliamente en la aplicación como materiales a prueba de ruidos, como materiales tamponantes o como materiales de relajación de tensiones. Tal como se describe en la Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) N° 9-78038 y WO99/03943, el cuerpo espumado se usa a veces como sustrato de una cinta adhesiva o de una lámina adhesiva (denominada a partir de aquí "cinta adhesiva, etc."), ya que el cuerpo espumado es superior en flexibilidad, y por tanto es fácilmente conformable a un adherente.

20 Específicamente, la Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) N° 9-78038 usa como material sustrato un cuerpo espumado que emplea un elastómero tal como la goma de epíclorohidrina o un terpolímero de etilén-propilén-dieno (EPDM) como material matriz. Sin embargo, generalmente los elastómeros son difíciles de ligarse a materiales, y un adhesivo sensible a la presión no puede aplicarse fácilmente mediante recubrimiento o laminación. El cuerpo espumado de la goma epíclorohidrina, en concreto, contiene cloro, y se debe prestar una especial atención cuando dicho cuerpo espumado es desechado. El cuerpo espumado de EPDM contiene grandes cantidades de aceite de proceso. Probablemente dicho aceite se segregará del cuerpo espumado de EPDM, y no es muy deseable para su uso en un adhesivo sensible a la presión.

Por otro lado, también se conoce un adhesivo sensible a la presión, en el que el adhesivo sensible a la presión ya es un cuerpo espumado en sí mismo.

Por ejemplo, la especificación WO99/03943 describe una cinta adhesiva sensible a la presión espumable de doble cara producida por dispersión y empaquetamiento de una serie de microcápsulas en un material matriz pegajoso reticulable. Según la invención del documento WO99/03943, las microcápsulas pueden conferir fuerza de restauración de la compresión a la cinta adhesiva de doble capa sensible a la presión, pero probablemente restrinjan los materiales del adhesivo. Como resultado, la cinta adhesiva presenta una baja propiedad de relajación de la presión y difícilmente puede reducir la carga compresiva.

El documento WO 00/06637 se refiere a los artículos de espuma de polímero que tienen una superficie suave preparada mediante mezclado en fundido de una composición polimérica, y a una serie de microesferas, siendo al menos una de ellas una microesfera polimérica expandible. Dichas microesferas poliméricas expandibles no son fácilmente compresibles, debido a su rigidez, y no pueden ajustar la densidad de la espuma de un modo adecuado.

El documento WO 95/25774 describe un proceso de fundido en caliente libre de disolvente para la preparación de un PSA espumado no termofijo a partir de un elastómero de hidrocarburo no termoplástico pegajoso. Se usa un agente de soplado químico para crear estructuras celulares espumadas. Esto se logra en una etapa de proceso separada y no en combinación con una etapa de reticulado, que es meramente opcional y se lleva a cabo, si llega a hacerlo, en una etapa de proceso anterior.

La Publicación de Patente Japonesa No Examinada (KoKai) N° 63-225684 describe una capa de adhesivo espumado sensible a la presión que presenta una estructura reticulada y una estructura espumada para mejorar la resistencia térmica, las fuerzas de agregación y las propiedades de relajación de la tensión. Más concretamente, de acuerdo con dicha Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) N° 63-225684, se trata un polímero acrílico que tiene un grupo epoxi (también denominado a partir de aquí "grupo glicidilo") con rayos ultravioleta en presencia de una sal de un compuesto de sal de diazonio para formar simultáneamente la estructura reticulada y la estructura espumada de la capa de adhesivo espumado sensible a la presión. Sin embargo, se debe seleccionar cuidadosamente el polímero acrílico u otros componentes de tal modo que no se inhiba la transmisión de los rayos ultravioleta. Si los componentes dificultan la transmisión de los rayos ultravioleta debido a su color negro, etc., el grado de reticulamiento y de espumado del polímero acrílico se hace insuficiente.

Se pueden usar rayos de electrones en lugar de los rayos ultravioleta. Sin embargo, los rayos de electrones no pueden transmitirse fácilmente en materiales ordinarios. Por tanto, el reticulamiento por medio de rayos de electrones puede originar una limitación en el espesor del grado de reticulado.

La Publicación de Patente Japonesa No Examinada (KoKai) N° 55-90525 describe un cuerpo espumado adhesivo sensible a la presión que es espumado y reticulado mediante un tratamiento térmico en lugar de mediante un tratamiento de UV. Más concretamente, se emplea una mezcla de partida que contiene un copolímero de bajo peso molecular de tipo acrílico que presenta reactividad con isocianato, poliisocianato y un agente espumante, que se espuma y se reticula

mediante calor para dar lugar a un cuerpo espumado adhesivo sensible a la presión. Dicha referencia describe que el copolímero de bajo peso molecular de tipo acrílico presenta un peso molecular medio no superior a 10.000. Cuando el polímero acrílico usado tiene un peso molecular relativamente bajo de no más de 10.000, no se obtiene una fuerza de agregación de la espuma suficiente debido a que las cadenas moleculares son cortas. En otras palabras, el cuerpo espumado presenta una elevada pegajosidad sobre la superficie y probablemente dé como resultado un adhesivo sensible a la presión agresivo, y su poder de unión (desde temperatura normal a baja temperatura) es tan elevado como el de un adhesivo sensible a la presión de tipo acrílico ordinario. Por tanto, dicho cuerpo espumado da lugar al problema de que cuando se corta se adhiere a la cuchilla de corte, y el trabajo de corte se dificulta. Puesto que dicho cuerpo espumado usa el copolímero de bajo peso molecular, la espuma es quebradiza y carece de una tenacidad suficiente. Además, al usar el copolímero de bajo peso molecular, la viscosidad es tan baja que no se puede obtener una espuma que tenga un gran espesor.

Compendio de la invención

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un adhesivo espumado sensible a la presión reticulado que evite uno o más de los problemas de la técnica anterior, y proporcionar un método de producción de dicho adhesivo. Preferiblemente, la presente invención proporciona un adhesivo espumado reticulado sensible a la presión que se puede reticular y espumar uniformemente, y que sea suficientemente independiente de la transmisibilidad de rayos ultravioleta o de electrones a través de sus componentes. El presente adhesivo de la invención también exhibe una o más de las siguientes propiedades, preferiblemente todas: excelentes propiedades de relajación de tensión, excelentes propiedades de restauración, excelente resistencia a disolventes, y libertad en el problema originado por un copolímero de tipo acrílico de bajo peso molecular.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un adhesivo espumado reticulado sensible a la presión que tiene propiedades de restauración, que se obtiene calentando una composición reticulable y espumable por acción del calor, que contiene un polímero acrílico pegajoso que presenta un peso molecular de al menos 100.000, un agente de reticulado por calor y un agente de espumado por calor, para provocar el reticulado y el espumado, en el que dicho adhesivo no presenta microesferas expandibles.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método para la producción de un adhesivo espumado reticulado sensible a la presión que tiene propiedades de restauración, que comprende la etapa de calentar una composición reticulable y espumable por acción del calor, que contiene un polímero acrílico pegajoso que presenta un peso molecular de al menos 100.000, un agente de reticulado por calor y un agente de espumado por calor, para provocar el reticulado y el espumado, en el que dicho adhesivo no presenta microesferas expandibles.

Según el adhesivo sensible a la presión y el método de producción del mismo, el adhesivo presenta al menos una de las siguientes propiedades, preferiblemente todas, excelente propiedad de relajación de tensión, excelente propiedad de restauración y excelente resistencia a disolventes, debido a que el reticulado y el espumado se realizan de forma uniforme y en un grado suficiente. Al contrario que los métodos convencionales que realizan el tratamiento con UV (ultravioleta), la presente invención obtiene el adhesivo reticulado espumado sensible a la presión llevando a cabo el reticulamiento y el espumado por medio de calor. De este modo, se logra un espumado uniforme suficientemente independiente de la transmisibilidad de los rayos ultravioleta y de electrones a la composición. Debido a que tanto el espumado como el reticulado se aplican al adhesivo sustancialmente de forma simultánea, la densidad del adhesivo resultante se puede ajustar en un amplio margen. El adhesivo resultante presenta una elevada propiedad de agregación, es tenaz y se puede obtener también en forma de espumas gruesas.

El término “adhesivo reticulado espumado sensible a la presión” usado en la presente especificación significa un adhesivo sensible a la presión que se reticula y se espuma mediante calefacción, y cuya matriz presenta pegajosidad por sí misma.

Descripción detallada de la invención

De este punto en adelante se explicará la presente invención haciendo referencia a las realizaciones preferidas de la misma. Sin embargo, no es necesario decir que la presente invención no se limita en modo alguno a dichas realizaciones.

La composición reticulable y espumable mediante calor para la producción del adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de la presente invención, contiene un polímero pegajoso, un agente de reticulado térmico y un agente de espumado térmico.

El polímero pegajoso se refiere a aquellos polímeros que pueden formar la matriz del adhesivo reticulado espumado sensible a la presión resultante y que pueden conferir pegajosidad al adhesivo. El polímero pegajoso según la presente invención es un polímero pegajoso de tipo acrílico obtenido mediante polimerización de un precursor polimérico que contiene un monómero polimerizable que principalmente contiene un monómero acrílico debido a que el polímero de tipo acrílico es fácil de mezclar, presenta una excelente resistencia a las inclemencias del tiempo, y no ejerce influencias adversas sobre el medio ambiente. El polímero pegajoso de tipo acrílico presenta un grupo reticulante capaz de formar un reticulado por calefacción. Para introducir el grupo reticulante, el polímero precursor descrito antes contiene un monómero acrílico reticulable que tiene un grupo reticulante, en un aspecto de la presente inven-

ES 2 275 726 T3

ción. En otras palabras, el grupo reticulante se puede introducir en el polímero pegajoso polimerizando una mezcla de monómeros polimerizables que contiene un monómero acrílico no reticulable que no tiene un grupo reticulante y un monómero acrílico reticulable, o una mezcla de un monómero acrílico reticulable con un prepolímero polimerizable obtenido mediante prepolimerización de un monómero polimerizable que contiene un monómero acrílico no reticulable. Como alternativa, se puede introducir un grupo reticulante mediante una reacción de adición o una reacción de modificación de un polímero pegajoso obtenido mediante polimerización de un monómero acrílico no reticulable. (En la siguiente descripción, el monómero acrílico no reticulable se denominará también simplemente “monómero acrílico”).

El monómero acrílico es al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en ésteres de (met)acrilato monofuncionales insaturados de alcoholes alquílicos no terciarios que presentan una polaridad relativamente baja, y las mezclas de los mismos. El grupo alquilo de los alcoholes no terciarios tiene aproximadamente entre 4 y 12 átomos de carbono. Con el fin de que el adhesivo resultante forme un elastómero, el monómero descrito preferiblemente presenta una temperatura de transición vítrea (T_g) de entre aproximadamente -60°C y aproximadamente 200°C como homopolímero. Los ejemplos de dichos monómeros acrílicos polimerizables incluyen acrilato de n-butilo, acrilato de etilo, acrilato de metilo, acrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de isooctilo, acrilato de isononilo, acrilato de dodecilo, acrilato de laurilo, (met)acrilato de isobonilo, metacrilato de metilo, acrilato de 2-fenoxietilo, acrilato de bencilo y acrilato de fenilo. Estos monómeros de acrilato o de metacrilato se pueden usar individualmente o como una combinación de dos o más monómeros.

Además de los monómeros acrílicos que presentan una polaridad relativamente baja descritos antes, el monómero polimerizable puede contener, cuando sea necesario, un monómero polar tal como acrilamida sustituida con alquilo inferior, N-vinilpirrolidona, N-vinilcaprolactama o N,N-dimetilacrilamida, acrilato de imida, acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, ácido acrílico, ácido itacónico, ácido fumárico y ácido maleico. En este caso, el contenido del monómero polar es como máximo 45 partes en peso sobre la base de 55 a 100 partes en peso del monómero acrílico de baja polaridad. Cuando se añade el monómero polar al monómero acrílico en una cantidad que entre dentro de dicho intervalo, se puede asegurar la pegajosidad del elastómero resultante.

Tal como se ha descrito antes, el precursor polimerizable también incluye el monómero acrílico reticulable. El monómero acrílico reticulable no está limitado particularmente siempre que sea un monómero polimerizable que tenga un grupo reticulante, pero preferiblemente es un monómero acrílico que tiene un grupo glicídilo, un grupo hidroxilo y un grupo carboxilo. Cuando el monómero acrílico reticulable contiene el grupo glicídilo, después de la reticulación se puede mejorar la resistencia térmica, la resistencia a disolventes y la resistencia a la distorsión de la matriz del adhesivo.

Este monómero acrílico reticulable se encuentra en la cantidad de 0,1 a 20 partes en peso por cada 100 partes en peso del monómero acrílico no reticulable o del prepolímero acrílico polimerizable. Cuando la cantidad del monómero reticulable es inferior a 0,1 partes en peso, no se puede obtener un reticulamiento suficiente con una caída importante de la resistencia térmica, de la resistencia a disolventes y la resistencia a la distorsión del cuerpo espumado. Cuando la cantidad del monómero acrílico reticulable excede de 20 partes en peso, por el contrario, la temperatura de transición vítrea se vuelve tan alta que la pegajosidad disminuye drásticamente.

Se puede obtener el polímero pegajoso polimerizando el precursor polimerizable mediante polimerización por radiación que usa rayos ultravioleta o de electrones (EB). La polimerización del precursor polimerizable se puede llevar a cabo empleando cualquier método de polimerización tal como la polimerización en disolución, la polimerización en emulsión, la polimerización en suspensión y la polimerización en masa en presencia de un iniciador predeterminado. Entre ellas, la preferida es la polimerización en masa debido a que evita la eliminación del disolvente, etc., su proceso es fácil de llevar a cabo, presenta una elevada productividad, y no afecta negativamente al medio ambiente.

Cuando se realiza polimerización UV empleando cualquiera de los medios descritos anteriormente, el iniciador requerido en particular para la polimerización no está limitado. Los ejemplos son éter alquílico de benzoína, benzofenona, bencil metilcetal, hidroxiciclohexilfenil cetona, 1,1-dicloroacetofenona, 2-clorotioxantona, y otros similares. Es posible usar, por ejemplo, iniciadores de polimerización radicalica disponibles comercialmente bajo las siguientes marcas comerciales, tal como “Irgacure” de Chiba Specialty Chemicals, “Dalocure” de Merck Japón, “Velsicure” de Bellsicol Co. Un iniciador de foto-polimerización se usa generalmente en una cantidad de entre aproximadamente 0,01 y aproximadamente 5 partes en peso por cada 100 partes en peso del monómero de acrilato.

Cuando el precursor polimerizable contiene el prepolímero polimerizable, el prepolímero polimerizable se sintetiza primero a partir de un monómero acrílico que no es un monómero acrílico reticulable mediante prepolimerización. La prepolimerización se puede llevar a cabo mediante cualquier método de polimerización descrito anteriormente en presencia del iniciador descrito anteriormente.

Preferiblemente, se añade un agente de transferencia de cadena al precursor polimerizable con una cantidad predeterminada del iniciador. El agente de transferencia de cadena controla una polimerización. Un peso molecular del polímero pegajoso obtenido mediante polimerización del precursor polimerizable es de al menos 100.000, generalmente de 100.000 a 500.000 y preferiblemente de 100.000 a 2.000.000. Cuando el peso molecular se encuentra dentro de este intervalo, la densidad de la espuma, la pegajosidad superficial y la apariencia del adhesivo después del reticulado y del espumado se puede ajustar de forma excelente seleccionando las cantidades mezcladas de los agentes adecua-

ES 2 275 726 T3

dos de reticulado térmico y de espumado térmico. En la presente descripción, aunque la polimerización del precursor polimerizable se puede completar con el procedimiento de polimerización anterior, también es posible polimerizar el precursor polimerizable al 50-100%, y completar la polimerización con el fin de obtener el polímero pegajoso que tenga el anterior intervalo de pesos moleculares durante la formulación con un agente de reticulado térmico y un agente de espumado térmico.

Ejemplos concretos del agente de transferencia de cadena son los hidrocarburos halogenados tales como compuestos carbonados de bromuro y de azufre, tales como el tioglicolato de isooctilo, tioglicolato de octilo, mercaptano de laurilo y mercaptano de butilo.

De acuerdo con la presente invención, la composición reticulable y espumable térmicamente contiene además un agente de espumado térmico y un agente de reticulado térmico además del polímero pegajoso descrito anteriormente. El agente de espumado térmico se descompone por acción del calor y genera gases tales como dióxido de carbono, nitrógeno o amoníaco, y confiere una estructura espumada al adhesivo resultante. Los ejemplos del agente de espumado térmico son (i) agentes de espumado inorgánicos tales como hidrogenocarbonato de amonio y nitrito de amonio, (ii) compuestos nitrosos tales como N,N'-dinitrosopentametileno tetramina (DPT), (iii) compuestos azo tales como azodicarbonamida (AZC) y azo bis-isobutylonitrilo (ABIN), y (iv) compuestos de hidrazida de sulfonilo tales como bencenosulfonil hidrazida (BSH), toluenosulfonil hidrazida (TSH) y p,p'-oxibis(bencenosulfonil hidrazida) (OBSH). Cuando sea necesario, se pueden emplear agentes de co-espumado conocidos en combinación para mejorar la velocidad de espumado y para reducir la temperatura de espumado.

El agente de reticulado térmico presenta sensibilidad al calor y puede formar enlaces reticulantes entre los polímeros pegajosos. El enlace reticulante puede conferir al adhesivo resultante resistencia térmica, resistencia al disolventes y resistencia a la distorsión. Los ejemplos de agente de reticulado térmico son ditiocarbamatos (tales como el dimetilditiocarbamato de zinc, el dietilditiocarbamato de zinc, el di-n-butilditiocarbamato de zinc, el dimetilditiocarbamato de hierro, el dimetilditiocarbamato de sodio, etc.), carboxilatos orgánicos de amonio, diversas poliaminas e imidazol/anhídrido de ácido.

De este modo, el agente espumante térmico y el agente reticulante térmico pueden formar la estructura espumada y la estructura reticulada en el adhesivo espumado reticulado sensible a la presión. La composición reticulable y espumable térmicamente correspondiente al adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con la presente invención no siempre tiene que transmitir radiaciones tales como los rayos ultravioleta y los rayos de electrones con el fin de confeccionar el adhesivo reticulado espumado con la estructura espumada y con la estructura reticulada. Por tanto, cuando la composición de la presente invención contiene los componentes impermeables a la radiación, es más ventajosa que la composición convencional reticulable/espumable mediante UV debido a que puede generar un espumado y un reticulado uniforme y suficiente. Los ejemplos de los componentes impermeables a la radiación son pigmentos o colorantes tales como un pigmento negro, y rellenos metálicos o rellenos inorgánicos para la formación de una capa escudo tal como polvo de plomo, polvo de hierro, óxido de titanio, óxido de zinc, óxido de hierro, óxido de cerio, y otros similares. Puesto que la transmisibilidad de la radiación no se ve afectada, el adhesivo no se ve sustancialmente limitado desde el punto de vista del tamaño y la forma, incluyendo el espesor. De hecho, el espesor del adhesivo espumado reticulado de acuerdo con la presente invención generalmente va de 0,1 mm a 20 cm, de forma adecuada de 0,2 mm a 10 cm, y aún más adecuadamente de 0,5 a 5 cm.

En la presente invención, el agente de espumado térmico y el agente de reticulado térmico deberían seleccionarse de una forma adecuada, de tal modo que el reticulado y el espumado se produzcan sustancialmente de forma simultánea por calefacción, o que el espumado se pueda producir un poco antes que el reticulado. Más concretamente, es posible seleccionar la combinación de dimetiltiocarbamato de hierro y de 4,4-oxibis(bencenosulfonilhidrazida). La densidad y el tamaño de las células también pueden controlarse, cuando las cantidades mezcladas del agente de espumado térmico y del agente de reticulado térmico, y el peso molecular del polímero pegajoso, se ajustan adecuadamente. En la práctica, cuando dichas cantidades de mezcla del agente de espumado térmico y del agente de reticulado térmico y el peso molecular del polímero se ajustan de este modo, la densidad del adhesivo espumado reticulado, cuando no contiene aditivos tipo relleno, se puede controlar generalmente entre 0,02 y 8,0 g/cm³, de forma adecuada entre 0,05 y 5,0 g/cm³ y más adecuadamente entre 0,1 y 3,0 g/cm³, y el tamaño de las células se puede controlar dentro del intervalo de 10 μm a 1 mm. Cuando el peso molecular del polímero se encuentra entre 100.000 y 5.000.000, las cantidades mezcladas del agente de espumado térmico y del agente de reticulado térmico requeridas para controlar la densidad y el tamaño de célula en el intervalo descrito anteriormente son de 0,01 a 10 partes en peso para el agente de espumado térmico por cada 100 partes en peso del polímero, y de 0,01 a 20 partes en peso para el agente de reticulado térmico por cada 100 partes en peso del polímero.

Si la temperatura de espumado del agente de espumado térmico es inferior a la temperatura de inicio de la reacción del agente de reticulado térmico, las células se forman antes de que se produzca el comienzo de la reticulación. Por lo tanto, las células se pueden disponer de forma ventajosa sobre la superficie del adhesivo espumado reticulado, debido a la difusión. Cuando el adhesivo se une a un adherente, generalmente se incorpora aire entre el adhesivo y el adherente. A no ser que dicho aire sea evacuado por cualquier medio, el área de unión no puede asegurarse suficientemente debido a que hay aire entre el adherente y el adhesivo. Por consiguiente, el poder de unión probablemente será insuficiente, y no se podrá realizar una unión suave. Sin embargo, si se dispone las células sobre la superficie del adhesivo como se ha descrito antes, dichas células dan lugar a canales, de tal modo que el aire entre el adhesivo espumado reticulado y el adherente se puede descargar fácilmente hacia el exterior. Como resultado, el adhesivo y el

ES 2 275 726 T3

adherente presentan un 100% de área de contacto, se obtiene un poder de unión inicial suficiente, y la apariencia tras la unión es extremadamente excelente.

De acuerdo con la presente invención, se puede obtener un adhesivo sensible a la presión con una baja densidad y con una baja carga compresiva en el ensayo de carga compresiva que se describe más adelante, así como con una propiedad de restauración suficiente. En la presente memoria, el término “propiedad de restauración” significa la capacidad del adhesivo para recuperar su forma original tras su deformación. Por otro lado, el término “carga compresiva en el ensayo de carga compresiva” es un índice de la facilidad del adhesivo para ser deformado cuando es comprimido. En otras palabras, si la carga compresiva del adhesivo es baja, el adhesivo es blando y puede deformarse por la aplicación de una presión ligera.

Puesto que la densidad de dicho adhesivo espumado sensible a la presión se puede reducir únicamente por medio de un gas, la carga compresiva y la densidad del adhesivo se pueden reducir, y por tanto el adhesivo resultante presenta unas excelentes propiedades de relajación de tensión. Específicamente, la carga compresiva del adhesivo de acuerdo con la presente invención, cuando se comprime el adhesivo que tiene un espesor inicial de 10 mm hasta un 25% de su espesor inicial a una velocidad de 10 mm/min en la dirección del espesor, se puede reducir de 50 N/cm² a 0,1 N/cm², en el caso de que la densidad del adhesivo se reduzca de 3,0 g/cm³ a 0,1 g/cm³.

El adhesivo espumado reticulado descrito anteriormente se puede conformar en forma de lámina usando una composición espumable térmicamente y reticulable térmicamente de la siguiente manera.

El polímero pegajoso, el agente de reticulado térmico y el agente de espumado térmico, que se preparan por adelantado, se amasan usando un extrusor uniaxial o biaxial, un mezclador de Banbury, un amasador, o un intermix, para proporcionar una composición reticulable térmicamente y espumable térmicamente. A continuación, dicha composición se conforma en forma de lámina mediante rodillos usando una máquina de prensado térmico o un rodillo de calendario, o mediante extrusión usando un troquel, a una temperatura inferior a las temperaturas de activación de los agentes de reticulado y de espumado térmicos, tal como entre 60 y 100°C. A continuación la lámina se hace pasar a través de un horno o de una cura en embudo, y se calienta hasta una temperatura superior a las temperaturas de activación de los agentes de reticulado y de espumado térmicos, tal como entre 140 y 180°C, para provocar el espumado y el reticulado.

Aunque la presente invención se haya explicado mediante su realización, no se encuentra limitada a la misma.

Por ejemplo, es posible añadir de forma adecuada una matriz plástica no reticulable a la composición espumable y reticulable térmicamente, cuando sea necesario, de tal modo que se imparte al adhesivo espumado reticulado resistencia mecánica, elasticidad y resistencia a impacto en frío, tal como rigidez, resistencia tensil y elongación. Los ejemplos de dicha matriz termoplástica no reticulable son varias gomas, elastómeros tales como resinas de polietileno o polipropileno, goma de estireno-butadieno (SBR), goma de acrilonitrilo-butadieno (NBR), goma de polibutadieno (BR), goma de butilo (IIR), copolímero bloque estireno-isopreno-estireno (SIS), copolímero bloque estireno-butadieno-estireno (SBS), y copolímero bloque estireno-etileno/butileno-estireno (SEBS), y polímero termoplásticos.

Además de la mera adición descrita antes, también es posible añadir una matriz plástica reticulable a la composición reticulable y espumable térmicamente, de tal modo que se incorpore en una parte de la estructura reticulada de la composición espumada reticulada. Los ejemplos de matriz plástica reticulable son elastómeros granulares o elastómeros preparados mediante la adición de un grupo epoxi o de un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo clorado o un grupo de cloro activo, a la resina de olefina, la goma sintética o la goma reticulada descrita anteriormente, o ésteres de cianato o poli(etil oxazolona) que tengan un análogo estructural al grupo epoxi. En ese caso, la resistencia compresiva permanente y la dureza se pueden mejorar debido a un desarrollo del reticulado. En concreto, el elastómero puede mejorar la resistencia en frío del adhesivo espumado reticulado. El éster de isocianato o la poli(etil oxazolona) pueden reaccionar con el grupo epoxi (grupo glicídilo) en ausencia de catalizador, y pueden mejorar la resistencia térmica.

Además se pueden añadir rellenos orgánicos e inorgánicos de tal modo que se mejoren las prestaciones dinámicas y las propiedades de procesamiento del adhesivo espumado reticulado, y para reducir el coste del producto. Los ejemplos de rellenos inorgánicos son óxidos metálicos tales como el negro de humo, el ácido silícico, silicatos, carbonatos, óxido de titanio y óxido de zinc, fibras metálicas y burbujas de vidrio. Los ejemplos de rellenos orgánicos son resinas de estireno superiores, resinas de cumarona-indeno, resinas fenólicas, lignina o goma en polvo, y burbujas plásticas. Si se formulan rellenos que incluyen microesferas expandibles térmicamente en el adhesivo sensible a la presión de la presente invención, la carga compresiva del adhesivo se puede incrementar hasta 300 N/cm², cuando el espesor inicial del adhesivo es 10 mm, y el adhesivo es comprimido hasta el 25% de su espesor inicial a una velocidad de 10 mm/min en la dirección del espesor.

También se pueden añadir diversos aditivos tales como un agente anti-envejecimiento térmico, un agente anti-degradación por ozono, un agente suavizante, un plastificante, un espesante, un lubricante, un agente antiestático, un agente antimicrobiano, un absorbente de UV, un retardante de llama, y otros similares, cuando sea necesario.

El adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con la presente invención puede presentar una estructura en multicapa que comprende dos o más adhesivos sensibles a la presión dependiendo del tipo de adherente,

ES 2 275 726 T3

y puede contener una película, un tejido no ondulado y un tejido ondulado. Se pueden producir por medios como la co-extrusión multicapa o la laminación.

La presente invención usa un polímero pegajoso que tiene un peso molecular relativamente alto, de al menos 100.000. Por tanto, el adhesivo sensible a la presión de la presente invención presenta las siguientes ventajas en comparación con los adhesivos sensibles a la presión de calefacción convencionales. (1) Puesto que la espuma por sí misma tiene una baja pegajosidad, se puede despegar fácilmente del adherente después de haber sido pegada, y por tanto tiene capacidad de repegado. Asimismo, el adhesivo de la presente invención es extremadamente ventajoso para pegarse a un adherente que tenga una área grande. (2) Puesto que la viscosidad de la composición antes del espumado es relativamente elevada y se puede recubrir con un gran espesor, se puede formar una espuma gruesa. (3) El proceso de cortado es sencillo. (4) Se puede obtener un adhesivo tenaz.

El adhesivo resultante se puede usar como material sellante para enterrar porciones discontinuas tales como huecos, o un material a prueba de ruido. En concreto, el adhesivo se puede usar como adhesivo flexible para enterrar huecos con un sustrato cuando se dispone un adorno interior de un automóvil en determinadas posiciones. Puesto que el adhesivo de la presente invención se puede repegar, puede ajustarse al adherente o al sustrato, se puede retirar, y después se puede volver a pegar.

Ejemplos

1. Preparación de muestras

Las muestras de materiales laminares se produjeron del siguiente modo.

Ejemplo 1

En primer lugar, se cargaron los monómeros polimerizables y un iniciador en una jarra para preparar una mezcla. En este ejemplo, se usaron 80 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo y 20 partes en peso de N,N-dimetilacrilamida como monómeros polimerizables. Como iniciador se usaron 0,04 partes en peso de un foto-iniciador, que se encuentra disponible comercialmente con el nombre comercial "Irgacure 651" de Chiba Specialty Chemicals. El purgado de la jarra se llevó a cabo usando nitrógeno. Se irradiaron rayos ultravioleta a la mezcla desde una lámpara negra fluorescente (Sylvania F20T12B) en la que el 90% de la radiación estaba entre 300 y 400 nm, y que presentaba un máximo a 351 nm. Dicho fotoiniciador se activó para comenzar a polimerizar los monómeros polimerizables y para preparar el prepolímero polimerizable. En este ejemplo, se continuó con la polimerización hasta que la viscosidad del prepolímero alcanzó un valor de aproximadamente 3.000 mPa·S (25°C).

A continuación, mientras se agitaba la mezcla que contenía el prepolímero descrito antes, se añadieron 3 partes en peso de un monómero acrílico reticulable que consistía en metacrilato de glicidilo, 0,1 partes en peso del foto-iniciador que consistía en Irgacure (marca comercial) y 0,03 partes en peso de un agente de transferencia de cadena que consistía en tetrabromuro de carbono. Una vez que la jarra había sido desgasificada, se irradió de nuevo la mezcla con los rayos ultravioleta descritos antes para continuar con la polimerización de los monómeros no reaccionados de la mezcla, y para preparar un polímero pegajoso. Cuando se midió con GPC usando un HP1090 series II de Agilent Co, se descubrió que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000.

A continuación, el polímero pegajoso se cargó en un extrusor biaxial y se amasó a 80°C. Después de eso se añadieron 1,0 partes en peso de ácido esteárico como lubricante, 30 partes en peso de negro de humo SRF como relleno, 1,5 partes en peso de dimetilditiocarbamato de zinc y 1,0 partes en peso de dimetilditiocarbamato de hierro como agentes de reticulado térmico, y 5,0 partes en peso de 4,4-oxibis(bencenosulfonil hidrazida) como agente de espumado térmico, desde la porción intermedia del cilindro del extrusor biaxial para formar una composición espumable y reticulable térmicamente. Dicha composición espumable y reticulable térmicamente fue moldeada por extrusión a través de un troquel extrusor para obtener una lámina que tenía un espesor de 1 mm.

A continuación, dicha lámina se colocó en un horno y se trató térmicamente a 170°C durante 15 minutos para completar el espumado y el reticulado, y para obtener una muestra de un adhesivo espumado reticulado. El adhesivo tenía un espesor de 4 mm.

Ejemplo 2

Se produjo una muestra de un adhesivo reticulado espumado de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de que se usó un componente monómero que consistía en 85 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo y 15 partes en peso de N,N-dimetilacrilamida, en lugar de 80 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo y 20 partes en peso de N,N-dimetilacrilamida. Cuando se midió con GPC usando un HP1090 series II de Agilent Co, se descubrió que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000

ES 2 275 726 T3

y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000. El adhesivo tenía un espesor de 5 mm.

Ejemplo 3

5 Se produjo una muestra de un adhesivo reticulado espumado de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de que se usó un componente monómero que consistía en 89 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo y 11 partes en peso de N,N-dimetilacrilamida, en lugar de 80 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo y 20 partes en peso de N,N-dimetilacrilamida. Cuando se midió mediante GPC usando HP1090 series II de Agilent Co; se descubrió
10 que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000. El adhesivo tenía un espesor de 3 mm.

Ejemplo 4

15 Se produjo una muestra de un adhesivo reticulado espumado de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de que además se añadieron 30 partes en peso de una goma acrílica de tipo epoxi que tenía un grupo epoxi como grupo reticuable (Nopol AR53L, un producto de Nippon Zeon K.K.) a partir de una porción de alimento a una parte intermedia del cilindro del extrusor biaxial. Cuando se midió con GPC usando un HP1090 series II de Agilent Co, se descubrió que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular
20 entre 100.000 y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000. El adhesivo tenía un espesor de 2,8 mm.

Ejemplo 5

30 Se produjo una muestra de un adhesivo espumado reticulado de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de que se usaron 80 partes en peso de acrilato de butilo en lugar de 80 partes en peso de acrilato de 2-etilhexilo. Cuando se midió con GPC usando un HP1090 series II de Agilent Co, se descubrió que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000. El adhesivo tenía un espesor de 5 mm.

Ejemplo 6

40 Se produjo una muestra de un adhesivo espumado reticulado de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de que el moldeo por extrusión se llevó a cabo para obtener una lámina con un espesor de 10 mm en lugar de 1 mm, como en el Ejemplo 1. Cuando se midió con GPC usando un HP1090 series II de Agilent Co, se descubrió que el polímero resultante tenía un peso molecular de al menos 100.000, y el 80% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 5.000.000, y el 75% de la distribución total de pesos moleculares estaba ocupada por polímeros que presentan un peso molecular entre 100.000 y 2.000.000. Por tanto, dicho polímero presenta un peso molecular de al menos 100.000. El adhesivo tenía un espesor de 40 mm.

Ejemplo Comparativo 1

50 Se mezclaron en una jarra monómeros que consistían en 90 partes en peso de acrilato de isooctilo y 10 partes en peso de ácido acrílico, 0,14 partes en peso de Irgacure 651 (marca comercial) y 0,03 partes en peso de un agente de transferencia de cadena, es decir de tioglicolato de 2-etilhexilo (OTG, producto de Wako Junyaku K.K.). Se irradió la mezcla con rayos ultravioleta para polimerizar el monómero y para preparar un polímero.

55 Se cargó la mezcla en un extrusor biaxial con un agente de espumado térmico que consistía en 5,0 partes en peso de 4,4-oxibis(bencenosulfonilhidrazida) y se mezcló. A continuación la mezcla se moldeó por extrusión a través de un troquel extrusor para obtener una lámina con un espesor de 1 mm. La lámina se trató térmicamente a 170°C durante 7 minutos, y únicamente se completó el espumado. Posteriormente, se irradió con rayos de electrones acelerados por un voltaje de 300 KeV una vez con una dosis de 16 Mrad ambas superficies de dicha lámina para alcanzar el reticulado y para producir una muestra comparativa. El adhesivo tenía un espesor de 5 mm.

Ejemplo Comparativo 2

65 Se preparó un polímero de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1. Al contrario que en el Ejemplo Comparativo 1, sin embargo, el polímero de este ejemplo comparativo se calentó hasta 80°C tras ser cargado en el extrusor biaxial, y fue amasado. Asimismo, 4,0 partes en peso de microcápsulas (F-80D, nombre comercial, un producto de Matsumoto Yushi-Seiyaku K. K.) fueron suministradas desde una parte intermedia del cilindro del extrusor

ES 2 275 726 T3

biaxial y se mezclaron con el polímero. Después de eso, el polímero se hizo pasar a través de un troquel de extrusión que se había calentado con anterioridad a 180°C. A la vez que se provocaba su espumación mediante las microcápsulas, el polímero fue moldeado por extrusión en una lámina con un espesor de 1 mm. Posteriormente, se irradió con rayos de electrones acelerados por un voltaje de 300 KeV una vez con una dosis de 6 Mrad ambas superficies de la lámina para alcanzar el reticulado y para preparar una muestra comparativa. El adhesivo tenía un espesor de 1,0 mm.

Ejemplo Comparativo 3

Se mezclaron en una jarra monómeros que consistían en 90 partes en peso de acrilato de isooctilo y 10 partes en peso de ácido acrílico y 0,14 partes en peso de Irgacure 651 (nombre comercial). A continuación se irradió dicha mezcla con los rayos ultravioleta descritos anteriormente y se activó el iniciador de tal como que el monómero pudiera ser polimerizado para preparar un prepolímero. Se continuó con la polimerización hasta que la viscosidad del prepolímero alcanzó un valor de aproximadamente 3.000 mPa·S (25°C).

A continuación, mientras se mezclaba la mezcla que contenía el prepolímero, se añadió a la mezcla un monómero acrílico reticulable que comprendía 0,1 partes en peso de Irgacure 651 (nombre comercial) y un monómero reticulable que consistía en 0,8 partes en peso de diacrilato de 1,6-hexanodiol (HDDA), 6 partes en peso de microesferas de vidrio huecas (burbujas de vidrio C15-250, producto de 3M Co), 1,5 partes en peso de un relleno que consiste en sílice hidrófoba (R-972, producto de Nippon Aerosol K. K.) y 3,0 partes en peso de un tensioactivo. Mientras que la mezcla era transferida a un burbujeador que giraba a 900 rpm, y la mezcla espumada era pasada a través de una tubería que tenía un diámetro de 12,5 mm y se llevaba a las mordeduras de dos recubridores de rodillo, en las que se aplicaban un par de películas de polietileno transparente orientadas en direcciones biaxiales y que tenían una unión débil con la superficie. La polimerización y el reticulado se completaron mediante la irradiación con rayos ultravioleta, el 90% de los cuales se encontraba en la banda de longitudes de onda de 300 a 400 nm, y que presentaban un máximo a 351 nm. De este modo, se produjo una muestra comparativa con un espesor de 1,0 mm.

Ejemplo Comparativo 4

Se proporcionó una muestra comparativa de una lámina espumada (Eptosealer N° 685, producto de Nitto Denko K. K.: 5,0 mm) que consistía en EPDM y que se usa generalmente en aplicaciones de sellado.

2. Evaluación de muestras

Se evaluó la muestra de cada Ejemplo y de cada Ejemplo Comparativo empleando las siguientes medidas y ensayos.

(1) Medida de la carga compresiva

Cada lámina de muestra se cortó para obtener varias láminas cuadradas de 25 mm x 25 mm. Las láminas fueron laminadas unas con otras de tal modo que se descargaran las burbujas de aire entre ellas, y se produjo una pieza de ensayo con un espesor de aproximadamente 10 mm (para el ejemplo 6, se usó como pieza de ensayo una muestra con un espesor de 40 mm). Después de que se midiera el espesor correcto (a partir de aquí "espesor inicial") para cada pieza de ensayo, cada pieza de ensayo se comprimió con una velocidad de compresión de 10 mm/min usando un evaluador de compresión (AUTOGRAPH, producto de Shimazu Seisakusho K. K.). Se determinaron las cargas compresivas en los puntos en los que el espesor de la pieza de ensayo alcanzó el 25% y el 40% del espesor inicial.

(2) Medida de la tensión permanente compresiva

Después de medir el espesor correcto (t_0) de la pieza de ensayo descrita anteriormente, se comprimió la pieza de ensayo con una velocidad de compresión de 10 mm/min usando el evaluador de compresión descrito anteriormente hasta un espesor del 40% del espesor inicial. La pieza de ensayo comprimida de este modo se dejó con este espesor en el estado estándar (temperatura 23°C ± 1°C, humedad relativa 50 ± 2%) durante 24 horas. A continuación se retiró la pieza de ensayo del evaluador de compresión y se midió el espesor final (t_1) tras la compresión. La tensión permanente de compresión C (%) se calculó a partir de dichos espesores iniciales (t_0) y finales (t_1) de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$C = 1 - (t_1/t_0) \times 100$$

(3) Ensayo de restauración

Después de medir el espesor inicial correcto (t_0) de la pieza de ensayo descrita anteriormente, se comprimió la pieza de ensayo con una velocidad de compresión de 10 mm/min usando el evaluador de compresión descrito también anteriormente hasta un espesor del 80% del espesor inicial. La pieza de ensayo comprimida de este modo se dejó así en el estado estándar. A continuación se retiró la pieza de ensayo del evaluador de compresión. Se midió el espesor final después de la compresión para comprobar si el espesor inicial coincidía con el espesor final o no. Se juzgó que las piezas de ensayo habían pasado cuando la relación (espesor inicial/espesor final) era de 1,1 o inferior, y se juzgó que no habían pasado cuando la relación era de 1,2 o superior.

ES 2 275 726 T3

(4) Ensayo de pegajosidad superficial

La pieza de ensayo descrita anteriormente se presionó para obtener un panel blanco recubierto usando un rodillo de 2 kg. Dicho panel blanco recubierto se obtuvo aplicando una pintura de acril-melamina usada actualmente como pintura para coches a un panel de acero inoxidable, y a continuación provocando el reticulado. El panel blanco recubierto se levantó hasta una posición vertical y se inspeccionó si el cuerpo del panel se caía por su propio peso o no. Se juzgó que la pieza pasaba el ensayo cuando el cuerpo del panel no caía, y se juzgó que no lo pasaba cuando se caía.

(5) Ensayo de área superficial húmeda

Se cortó la pieza de ensayo en trozos de 50 mm x 50 mm, y se pegó únicamente a una de las superficies de una lámina de acrílo transparente con un espesor de 5 mm sin usar una espátula, o similar. Se midió el área de pegado (S mm²) de la pieza de ensayo a la lámina de acrílo. Se calculó una relación de área húmeda (W) empleando la siguiente ecuación:

$$W (\%) = S/2,500 \text{ mm}^2 \times 100$$

(6) Ensayo de resistencia de disolventes

Se cortó la pieza de ensayo en un rectángulo de 10 mm x 20 mm, se sumergió en un disolvente que consistía en metil etil cetona (MEK) y se dejó reposar durante 24 horas para comprobar si se hinchaba o no. Se juzgó que la pieza de ensayo pasaba el ensayo cuando no se hinchaba a simple vista, y se juzgó que no pasaba cuando sí lo hacía.

La Tabla 1 ilustra los resultados de las medidas/ensayos descritos anteriormente en los Ejemplos y Ejemplos Comparativos.

En la Tabla 1 se puede observar que las muestras de los Ejemplos 1 a 6 se reticularon suficientemente, no generaron la tensión compresiva, pero presentaron propiedades de restauración y de resistencia a disolventes. Por el contrario, la muestra del Ejemplo Comparativo 1 presentó una densidad relativamente baja, por tanto una carga compresiva baja, pero fue inferior en propiedades de restauración tras parar la tensión compresiva, y no presentó resistencia a disolvente. Presumiblemente esto se debió a que el reticulado no fue suficiente. La muestra del Ejemplo Comparativo 2 presentó propiedades de restauración pero obviamente tenía una carga compresiva relativamente alta en comparación con su baja densidad. No presentó resistencia al disolvente. La muestra del Ejemplo Comparativo 3 fue inferior en propiedades de restauración tras parar la tensión compresiva, y no presentó resistencia al disolvente. Podría entenderse que esta muestra no podría reducir la densidad o la carga compresiva debido al proceso de producción. Esto se debió a que este ejemplo comparativo no usó el agente de espumado y se formaron células mecánicamente usando el burbujeador. Se podría observar que la muestra del Ejemplo Comparativo 4 no sólo presentó resistencia al disolvente sino que también pudo disminuir la densidad y la carga compresiva. Sin embargo, esta muestra no presentó la pegajosidad superficial por sí misma, y se tuvo que interponer un adhesivo entre la muestra y el adherente para pegarlos.

En relación con el ensayo de área superficial húmeda, los Ejemplos 1 a 6 presentaron unas relaciones de área húmeda excelentes en comparación con los Ejemplos Comparativos 2, 3 y 4. Puesto que los Ejemplos 1 a 6 descargaron fácilmente el aire entre el adhesivo y el adherente, presentaron una superficie de contacto del 100%, exhibieron suficientemente la fuerza de pegado inicial y proporcionaron una apariencia extremadamente buena tras el pegado.

Al contrario que los adhesivos sensibles a la presión convencionales que son sometidos al tratamiento con UV, el adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con la presente invención se obtiene llevando a cabo el reticulado y el espumado por medio de calor. Por tanto, se alcanzan unos reticulados y espumados suficientes y uniformes, independientemente de la transmisibilidad de los rayos ultravioleta y de los haces de electrones en los componentes de la composición. Puesto que se permite que el reticulado y el espumado se produzcan uniforme y suficientemente, el adhesivo de la presente invención presenta unas propiedades de relajación de tensión, de restauración y de resistencia a disolventes excelentes. Puesto que tanto el espumado como el reticulado se aplican térmicamente al adhesivo de forma simultánea, la densidad del adhesivo resultante se puede ajustar en un amplio margen. En comparación con los adhesivos de tipo de reticulado térmico convencionales, la misma espuma del adhesivo de la presente invención presenta un débil poder de pegado. Por tanto, cuando la espuma se pega al adherente, el adhesivo puede despegarse fácilmente del adherente, o en otras palabras, puede ser repegado. Por lo tanto, el adhesivo de la presente invención es extremadamente ventajoso para pegarse a un adherente que tenga una área grande. La composición presenta una viscosidad relativamente alta antes del espumado, y se puede usar para recubrir con un gran espesor. Por tanto, se puede formar una espuma espesa. Además, con el adhesivo de la presente invención el proceso de cortado es fácil, y se puede obtener un adhesivo tenaz.

ES 2 275 726 T3

TABLA 1

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	
5	densidad	g/cc	0,24	0,2	0,34	0,35	0,2	0,28
10	Carga compresiva al 25%	N	7,6	2,7	11,3	15,8	4,6	5,5
15	Carga compresiva al 40%	N	12,7	4	18,8	26,3	7,8	12,1
	Tensión compresiva	%	0	0	0	0	0	0
20	Propiedades de Restauración		pasa	pasa	pasa	pasa	pasa	pasa
25	Ensayo de pegajosidad superficial		pasa	pasa	pasa	pasa	pasa	pasa
	área húmeda	%	1,00	100	100	1,00	100	100
30	Ensayo de resistencia a disolvente		pasa	pasa	pasa	pasa	pasa	pasa

		Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4	
35	densidad	g/cc	0,2	0,25	0,52	0,15
40	Carga compresiva al 25%	N	9,6	72,7	37,8	2,4
45	Carga compresiva al 40%	N	20,6	113,4	74,5	3,9
50	Tensión compresiva	%	2	0	3,8	0
55	Propiedades de Restauración		falla	pasa	falla	pasa
	Ensayo de pegajosidad superficial		pasa	pasa	pasa	falla
60	área húmeda	%	100	75	85	no pegado
65	Ensayo de resistencia a disolvente		falla	falla	falla	pasa

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión que presenta propiedades de restauración, preparado dicho adhesivo calentando una composición reticulable y espumable térmicamente que comprende un polímero acrílico pegajoso que tiene un peso molecular de al menos 100.000, un agente de reticulado térmico y un agente de espumado térmico, en el que dicho agente de espumado térmico se descompone para generar un gas al calentarse, y dicho adhesivo no tiene microesferas poliméricas expansibles.
- 10 2. El adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de la reivindicación 1, en el que dicho adhesivo presenta una carga compresiva de 0,1 a 300 N/cm², cuando dicho adhesivo tiene un espesor inicial de 10 mm y se comprime hasta el 25% del espesor inicial a una velocidad de 10 mm/min en la dirección del espesor.
- 15 3. Un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que la densidad del adhesivo resultante es de 0,1 a 3,0 g/cm³.
4. Un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se exponen células sobre la superficie del adhesivo.
- 20 5. Un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicha composición reticulable y espumable térmicamente contiene además un componente impermeable a la radiación.
- 25 6. Un método para producir un adhesivo reticulado espumado sensible a la presión que presenta propiedades de restauración, que comprende la etapa de calentar una composición reticulable y espumable térmicamente que contiene un polímero acrílico pegajoso que presenta un peso molecular de al menos 100.000, un agente de reticulado térmico y un agente de espumado térmico para provocar el reticulado y el espumado de dicha composición, en el que dicho agente de espumado térmico se descompone para generar un gas tras calefacción, y dicho adhesivo no tiene microesferas poliméricas expandibles.
- 30 7. El método de acuerdo con la reivindicación 6, en el que dicho adhesivo presenta una carga compresiva de 0,1 a 300 N/cm², cuando dicho adhesivo tiene un espesor inicial de 10 mm y se comprime hasta el 25% del espesor inicial a una velocidad de 10 mm/min en la dirección del espesor.
- 35 8. Un método de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, en el que dicho polímero pegajoso se obtiene polimerizando un precursor polimerizable que contiene un monómero acrílico reticulable.
- 40 9. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en el que dicha composición reticulable y espumable térmicamente contiene además un componente impermeable a la radiación.

45

50

55

60

65