

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 949 013 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
08.06.2005 Patentblatt 2005/23

(51) Int Cl.7: **B05D 7/24**, B05D 5/10
// C09J7/02

(21) Anmeldenummer: **99106117.7**

(22) Anmeldetag: **01.04.1999**

(54) Verfahren zur Herstellung von Haftvermittlerschichten

Process for manufacturing an adhesion promoting layer

Procédure pour la fabrication d'une couche promotrice d'adhésion

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT

(30) Priorität: **04.04.1998 DE 19815182**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
13.10.1999 Patentblatt 1999/41

(73) Patentinhaber: **tesa AG**
20253 Hamburg (DE)

(72) Erfinder:
• **Strotmann, Markus**
20255 Hamburg (DE)

- **Bargmann, Renke**
22527 Hamburg (DE)
- **Leiber, Jörn, Dr.**
22529 Hamburg (DE)
- **Selaff, Oliver**
21502 Geesthacht (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 3 521 625 **US-A- 3 814 983**
US-A- 4 563 388 **US-A- 5 718 967**

EP 0 949 013 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zumindest einseitigen Klebebändern, wobei zwischen Träger und Klebmasse zur Haftvermittlung Haftvermittlerschichten auf den Träger aufgebracht werden.

[0002] Es ist bekannt, daß Haftvermittlerschichten auf bahnförmigen Materialien für eine Vielzahl unterschiedlicher Anwendungen eingesetzt werden. Beispiele sind Verpackungsmaterialien, Klebebänder oder Schutzfolien, bei denen Haftvermittlerschichten jeweils vorgesehen sind, um eine ausreichende Festigkeit des Schichtverbundes zu erzielen. Bei Klebebändern ist dies häufig besonders problematisch, da im allgemeinen hohe Anforderungen an die Haftung zwischen Klebmasse und Trägermaterial gestellt werden. Ein Ablösen der Klebmasse vom Träger soll weder beim Ablösen des Klebebandes von der Rolle (vor dem Gebrauch) noch beim Ablösen des Klebebandes von beliebige Untergründen (nach dem Gebrauch) stattfinden.

[0003] Zur Erhöhung der Haftung von Schichten auf bahnförmigen Materialien, insbesondere von Klebmassen auf Trägermaterialien bei Klebebändern, werden unterschiedliche Verfahren eingesetzt.

[0004] Dies sind entweder Verfahren zur Vorbehandlung der bahnförmigen Materialien oder zur Beschichtung mit haftvermittelnden Schichten. Als Vorbehandlungsverfahren werden u. a. Coronabehandlung, Flammvorbehandlung, Fluorierung oder Niederdruckplasmabehandlung eingesetzt. Haftvermittelnde Schichten, die auch als Primer bezeichnet werden, können zum Beispiel als naßchemische Beschichtung aus Lösung (Lösungsmittel oder Wasser) aufgebracht werden, wobei eine anschließende Trocknung und/oder Vernetzung notwendig ist.

[0005] Alle Verfahren zur Erhöhung der Haftung haben spezifische Nachteile. Die Corona- und die Flammvorbehandlung sind in vielen Fällen nicht wirksam genug, um eine ausreichende Haftung nachfolgender Beschichtungen auf den bahnförmigen Materialien zu erzielen. Ein Beispiel ist die Haftung von Klebmassen auf Acrylatbasis auf bahnförmigen Materialien auf Polyolefinbasis. Ähnliches gilt für die Fluorierung, die zusätzlich noch mit hohem sicherheitstechnischen Aufwand verbunden ist.

[0006] Ein weiterer Nachteil der Flammvorbehandlung ist die hohe thermische Belastung der zu behandelnden Materialien, so daß insbesondere temperaturempfindliche Materialien nicht oder nur bedingt behandelt werden können.

[0007] Durch die Niederdruckplasmavorbehandlung, die mit nicht polymerisierenden Gasen (z. B. Edelgase, Sauerstoff oder Stickstoff) durchgeführt wird, ist es im allgemeinen möglich, eine bessere Haftungen als mit einer Flamm- oder Coronavorbehandlung zu erzielen. Problematisch sind jedoch die hohen Kosten für das notwendige Vakuumequipment insbesondere bei der

Behandlung bahnförmiger Materialien. In vielen Fällen ist die Steigerung der Haftung außerdem geringer als bei naßchemische Primer, so daß der Einsatz einer Plasmavorbehandlung bei bahnförmigen Materialien nicht sinnvoll ist.

[0008] Die Niederdruckplasmapolymerisation wird bisher nicht zur industriellen Herstellung von haftvermittelnden Schichten auf bahnförmigen Materialien angewendet, obwohl für ruhende Substrate bereits Prozesse für eine Vielzahl unterschiedlicher Anwendungen existieren. Beispiele sind die Beschichtung von Kunststoffflaschen mit Permeationssperrschichten bzw. die Kratzfestbeschichtung von Kunststoffoberflächen. Bei bahnförmigen Materialien ist der Einsatz der Niederdruckplasmapolymerisation bisher im allgemeinen nicht sinnvoll, da die Abscheideraten zu gering sind, so daß sich Beschichtungszeit von Minuten bzw. Stunden ergeben. Aus diesem ist die Herstellung von Beschichtungen mittels Niederdruckplasmapolymerisation bei bahnförmigen Materialien, insbesondere die Herstellung von Haftvermittlerschichten, unwirtschaftlich.

[0009] Die Verwendung von Primern, die naßchemisch aufgebracht werden, bringt in der Regel hohe Kosten mit sich, da die Ausrüstung des bahnförmigen Materials mit einem Primer einen kompletten zusätzlichen Beschichtungsvorgang bedeutet. Außerdem sind einige Primer unter Umwelt- und Gesundheitsaspekten als bedenklich einzustufen, insbesondere weil zur naßchemischen Beschichtung der Primer Lösungsmittel notwendig sind.

[0010] Problematisch ist der Einsatz naßchemischer Primer außerdem bei rauen bahnförmigen Materialien, da es in diesen Fällen schwierig ist, eine konstante, gleichmäßige Schichtdicke zu erreichen. Zudem können temperaturempfindliche Materialien nur bedingt mit naßchemischen Primern beschichtet werden, da eine wirtschaftliche Primertrocknung bei der Verarbeitung bahnförmiger Materialien normalerweise Trocknungstemperaturen von mindestens 80 °C erfordert.

[0011] Ein weiteres Problem besteht dann, wenn eine bestimmte Schicht, zum Beispiel eine Klebmasseschicht, auf einem bestimmten bahnförmigen Material mit keinem der bekannten Verfahren ausreichend gut zur Haftung gebracht werden kann.

[0012] Aufgabe der Erfindung ist es, die Nachteile des Standes der Technik zu vermeiden, zumindest zu vermindern. Insbesondere ist es die Aufgabe der Erfindung, bei Klebmasseschichten auf Trägern eine deutliche Haftungssteigerung zu erreichen, wobei die Haftungssteigerung langzeitstabil sein muß, keine Lösungsmittel eingesetzt werden sollen und das Verfahren und die haftvermittelnden Schichten gesundheitlich und unter Umweltaspekten unbedenklich sein sollen.

[0013] Gelöst wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung von zumindest einseitigen Klebebändern, wobei zwischen Träger und Klebmasse zur Haftvermittlung Haftvermittlerschichten auf den Träger aufgebracht werden, wie dies näher im Hauptanspruch ge-

kennzeichnet ist. Gegenstand der Unteransprüche sind besonders vorteilhafte Ausführungsformen des Verfahrens.

[0014] Demgemäß betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von zumindest einseitigen Klebebändern, wobei zwischen Träger und Klebmasse zur Haftvermittlung Haftvermittlerschichten mittels Niederdruckplasmapolymersation auf den Träger aufgebracht werden, indem der Träger kontinuierlich durch eine Plasmazone geführt wird, in der ein Niederdruckplasma vorhanden ist, das durch elektrische Entladung, insbesondere kHz-, MHz oder GHz-Entladung, erzeugt wird.

[0015] Wichtige Prozeßparameter, die den Prozeß der Abscheidung der haftvermittelnden Schichten und damit die Schichteigenschaften steuern, sind die eingesetzten Monomere bzw. Träger oder Zusatzgase, der Gas- bzw. Gasgemischdruck während der Beschichtung und die eingesetzte elektrische Entladung zur Plasmaanregung. Die Variation der Prozeßparameter dient zur Optimierung und zur Anpassung der Haftvermittlerschichten an die technischen Randbedingungen im jeweiligen Anwendungsfall. Insbesondere kann durch entsprechende Wahl der Prozeßparameter, wie in den Beispielen exemplarisch erläutert, eine deutliche Steigerung der Abscheiderate im Vergleich zum Stand der Technik erreicht werden, so daß sich Beschichtungszeiten von weniger als 1 Sekunde ergeben.

[0016] Vorzugsweise wird bei einem Gasdruck oder Gasgemischdruck von 10^{-3} bis 20 mbar beschichtet.

[0017] Weiterhin als vorteilhaft hat es sich erwiesen, wenn gepulste elektrische Entladungen zur Erzeugung des Plasmas eingesetzt werden.

[0018] In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform wird der Träger mit einer Geschwindigkeit von über 0.1 m/min, insbesondere größer 50 m/min, durch die Beschichtungszone bewegt.

[0019] Weiter vorzugsweise sind die Beschichtungszeiten kürzer als eine Minute, insbesondere kleiner als eine Sekunde.

[0020] Vorteilhaft ist, wenn sich die Abwickelstation des Trägers, die Aufwickelstation und die Plasmazone in einer Vakuumkammer befinden (batch-Betrieb) oder der Träger mittels Vakuumschleusen durch die Plasmazone geführt wird, was als sogenannter Air-to-Air-Betrieb bezeichnet wird.

[0021] Zur Bildung des Niederdruckplasmas werden insbesondere als Monomere gesättigte Kohlenwasserstoffe mit Kettenlängen von C_1 bis C_6 , insbesondere Methan, Ethan oder Propan, und/oder einfach beziehungsweise mehrfach ungesättigte Kohlenwasserstoffe mit Kettenlängen von C_1 bis C_6 , vorzugsweise Acetylen oder Ethylen, und/oder sauerstoff- oder heteroelementsubstituierte Verbindungen der gesättigten oder ungesättigten Kohlenwasserstoffe, wie zum Beispiel Ethylenoxid, eingesetzt.

[0022] Als Träger- oder Zusatzgase werden vorzugsweise nicht-polymerisierbare Gase wie Edelgase, Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff oder Verbindungen be-

ziehungsweise Gasgemische eingesetzt.

[0023] Zusatz- und Trägergase werden eingesetzt, um die Schichtabscheidung zu steuern und insbesondere die Gleichmäßigkeit und die Stabilität des Plasmas zu steigern.

[0024] Als Träger werden vorzugsweise Kunststoffolien, Schaumträger, Gewebeträger, Vliesträger oder Papierträger eingesetzt.

[0025] Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung der mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellten Haftvermittlerschichten bei zumindest einseitigen Klebebändern zur Haftvermittlung zwischen Träger und Klebmasse herausgestellt.

Eine starke Verbesserung der Haftung ist besonders typisch für die Verbindung von Trägern und Klebmassen auf Acrylatbasis.

[0026] Zur Plasmaanregung können verschiedene Formen der elektrischen Entladung genutzt werden. Vorzugsweise geschieht dies durch kHz-, MHz- oder GHz-Entladung. Entscheidend für die Auswahl der Anregungsform sind die verfahrenstechnischen Randbedingungen, zum Beispiel notwendige Beschichtungsgeschwindigkeit oder Gasgemischdruck, während der Beschichtung.

[0027] Ein besonderer Vorteil des Verfahrens im Vergleich zum Stand der Technik ist die Möglichkeit, den Prozeß der Schichtabscheidung und damit die haftvermittelnde Wirkung der Beschichtungen durch Variation der Prozeßparameter steuern zu können. Dies ermöglicht eine optimale Anpassung der Schichteigenschaften an den jeweiligen Anwendungsfall.

[0028] Ein weiterer Vorteil des neuartigen Verfahrens ist der Verzicht auf Lösungsmittel und die Möglichkeit, den Einsatz von Stoffen, die unter Gesundheits- oder Umweltaspekten bedenklich sind, zu vermeiden.

[0029] Ein zusätzlicher Vorteil des Verfahrens ist die Möglichkeit, raue Träger gleichmäßig mit Haftvermittlerschichten zu beschichten.

[0030] Außerdem ist die thermischen Belastung der Träger aufgrund des eingesetzten Niederdruckplasmas gering, so daß insbesondere temperaturempfindliche Materialien wie Polyethylen, Polypropylen oder Schäume ohne Schädigung beschichtet werden können.

[0031] Ein weiterer Vorteil ist die hohe Langzeitstabilität der neuartigen Haftvermittlerschichten, da diese aufgrund des neuartigen Verfahrens hochvernetzt und thermisch stabil sind. Außerdem sind diese unlöslich in gängigen Lösungsmitteln, so daß ihr Einsatz, insbesondere zur Haftvermittlung zwischen Träger und naßchemisch aufgetragenen Beschichtungen, zu sehr guten Ergebnissen führt.

[0032] Im folgenden sollen besonders vorteilhafte Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens dargestellt werden, ohne damit unnötig einschränken zu wollen.

[0033] Es zeigen die

Figur 1 den Aufbau einer erfindungsgemäßen Vaku-

umbeschichtungsanlage und

Figur 2 eine alternative Anordnung der Elektroden aus Figur 1.

[0034] Gemäß Figur 1 wird der Träger 1 von einer Abwickelstation 2 durch die Plasmabeschichtungszone 3 bewegt. In der Plasmabeschichtungszone 3, die durch Begrenzungen 8 vom Rest der Vakuumkammer 7 getrennt ist, werden Monomere über eine Monomierzufuhr 4 eingeleitet. Die Plasmaanregung und damit die Fragmentierung der Monomere erfolgt über ein hochfrequentes Wechselfeld, das zwischen den Elektroden 5 und 6 angelegt ist. Elektrode 5 ist als geerdete Kühlwalze ausgeführt und dient damit zugleich dem Transport des Trägers 1. Schließlich wird der Träger 1 nach der Beschichtung einer Aufwickelstation 9 zugeführt.

[0035] Eine alternative Anordnung der Elektroden 10, 11 zeigt Figur 2. In dieser sind beide Elektroden 10, 11 flächig ausgeformt und der Träger 1 wird berührungsfrei durch den Elektrodenpalt geführt.

[0036] Die Auswahl der jeweiligen Elektrodenanordnung hängt vom speziellen Anwendungsfall ab. Bei einer Plasmaanregung mittels GHz-Entladung sind die Elektroden durch entsprechende GHz-Einkopplungen zu ersetzen.

[0037] Schließlich wird das erfindungsgemäße Verfahren beispielhaft erläutert, ohne diese aber auch hiermit unnötig einschränken zu wollen.

Beispiel 1

[0038] Auf eine Polyesterfolie (Hostaphan RN 25-Folie der Firma Hoechst AG, Frankfurt), transparent, 500 mm breit und mit einer Dicke von 25 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Acetylenfluß von 500 sccm und einem Sauerstofffluß von 50 sccm bei einem Prozeßdruck von 0,5 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 100 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt, so daß sich eine Beschichtungszeit von 0,12 sec mit einer Schichtdicke von 130 nm ergibt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels kHz-Entladung. Anschließend wird eine transparente Acrylat-Klebmasse (Eigenpolymerisat aus 48 % Butylacrylat, 48 % Ethylhexylacrylat, 4 % Acrylsäure) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Lösungsmittel Aceton/Benzin, Klebmasseauftrag nach Trocknung: 40 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck wird ein Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und einer Breite von 20 mm auf eine PVC-Platte geklebt und angerollt (Stahlrolle, 80 mm Durchmesser, 2 kg Gewicht, wird mit ca. 10 m/min fünf mal über den Klebstreifen hin- und hergerollt). Anschließend wird der gesamte Verbund aus Klebstreifen mit erfindungsgemäßer Haftvermittler-

schicht und PVC-Platte für 3 Tage bei 40 °C und einer Luftfeuchtigkeit unter 75 % gelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug des Prüfstreifens mit einer Geschwindigkeit von 2400 mm/min unter einem Winkel von 180° beziehungsweise 90°. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß es zum kohäsiven Spalten der Klebmasse beim Test kommt. Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie ist damit deutlich besser als bei Vergleichsklebefolien, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht naßchemische Primer beziehungsweise eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsklebstreifen wurde in allen Fällen eine adhäsive Versagen zwischen Trägerfolie und Klebmasse beobachtet und somit eine deutlich schlechtere Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie.

Beispiel 2

[0039] Auf eine Polypropylenfolie, transparent, 500 mm breit und mit einer Dicke von 25 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Acetylenfluß von 500 sccm bei einem Prozeßdruck von 3 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 50 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt, so daß sich eine Beschichtungszeit von 0,24 sec mit einer Schichtdicke von 180 nm gibt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels MHz-Entladung. Anschließend wird eine transparente Acrylat-Klebmasse (Eigenpolymerisat aus 47 % Butylacrylat, 47 % Ethylhexylacrylat, 6 % Acrylsäure) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Lösungsmittel Aceton/Benzin, Klebmasseauftrag nach Trocknung: 40 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck werden Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und einer Breite von 20 mm auf PVC-Platten geklebt und angerollt (Stahlrolle, 80 mm Durchmesser, 2 kg Gewicht, wird mit ca. 10 m/min fünf mal über den Klebstreifen hin- und hergerollt). Anschließend wird der gesamte Verbund aus Klebstreifen mit erfindungsgemäßer Haftvermittlerschicht und PVC-Platte für 3 Tage bei 40 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % beziehungsweise 100 % gelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug der Prüfstreifen mit einer Geschwindigkeit von 2400 mm/min unter einem Winkel von 180° beziehungsweise 90°. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß es zum kohäsiven Spalten der Klebmasse beim Test kommt. Die Haftung zwischen Kleb-

masse und Trägerfolie ist damit deutlich besser als bei Vergleichsklebefolien, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht naßchemische Primer beziehungsweise eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsklebstreifen wurde in allen Fällen ein adhäsives Versagen zwischen Trägerfolie und Klebmasse beobachtet und somit eine deutlich schlechtere Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie.

Beispiel 3

[0040] Auf eine Polypropylenfolie, transparent, 500 mm breit und mit einer Dicke von 25 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Ethylenfluß von 1000 sccm bei einem Prozeßdruck von 0,5 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 20 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels kHz-Entladung. Anschließend wird eine transparente Acrylat-Klebmasse (Eigenpolymerisat aus 47 % Butylacrylat, 47 % Ethylhexylacrylat, 6 % Acrylsäure) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Lösungsmittel Aceton/Benzin, Klebmasseaufrag nach Trocknung: 20 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck werden Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und einer Breite von 20 mm auf PVC-Platten geklebt und angerollt (Stahlrolle, 80 mm Durchmesser, 2 kg Gewicht, wird mit ca. 10 m/min fünf mal über den Klebstreifen hin- und hergerollt). Anschließend wird der gesamte Verbund aus Klebstreifen mit erfindungsgemäßer Haftvermittlerschicht und PVC-Platte für 3 Tage bei 40 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % beziehungsweise 100 % gelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug der Prüfstreifen mit einer Geschwindigkeit von 2400 mm/min unter einem Winkel von 180° beziehungsweise 90°. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß es zum kohäsiven Spalten der Klebmasse beim Test kommt. Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie ist damit deutlich besser als bei Vergleichsklebefolien, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht naßchemische Primer beziehungsweise eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsklebstreifen wurde in allen Fällen ein adhäsives Versagen zwischen Trägerfolie und Klebmasse beobachtet und somit eine deutlich schlechtere Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie.

Beispiel 4

[0041] Auf eine Polypropylenfolie, transparent, 500

mm breit und mit einer Dicke von 35 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Acetylenfluß von 500 sccm bei einem Prozeßdruck von 3 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 25 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt, so daß sich eine Beschichtungszeit von 0,48 sec mit einer Schichtdicke von 750 nm ergibt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels gepulster MHz-Entladung bei einer Pulsfrequenz von 10³ Hz und einem Tastgrad von 0,3. Anschließend wird eine transparente Acrylat-Klebmasse (Primal PS 83 D, Rohm und Haas GmbH, Frankfurt) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Lösungsmittel Wasser, Klebmasseaufrag nach Trocknung: 20 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck werden Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und einer Breite von 20 mm auf PVC-Platten geklebt und angerollt (Stahlrolle, 80 mm Durchmesser, 2 kg Gewicht, wird mit ca. 10 m/min fünf mal über den Klebstreifen hin- und hergerollt). Anschließend wird der gesamte Verbund aus Klebstreifen mit erfindungsgemäßer Haftvermittlerschicht und PVC-Platte für 3 Tage bei 40 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % beziehungsweise 100 % gelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug der Prüfstreifen mit einer Geschwindigkeit von 2400 mm/min unter einem Winkel von 180° beziehungsweise 90°. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß es zum kohäsiven Spalten der Klebmasse beim Test kommt. Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie ist damit deutlich besser als bei Vergleichsklebefolien, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht naßchemische Primer beziehungsweise eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsklebstreifen wurde in allen Fällen ein adhäsives Versagen zwischen Trägerfolie und Klebmasse beobachtet und somit eine deutlich schlechtere Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie.

Beispiel 5

[0042] Auf einen Schaumträger (Alveolit TEE 1000.8, Alveo AG, Luzern, Schweiz), 300 mm breit und mit einer Dicke von 600 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Acetylenfluß von 500 sccm und einem Argonfluß von 50 sccm bei einem Prozeßdruck von 0,5 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 20 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt, so daß sich eine Beschichtungszeit von 0,6 sec ergibt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels kHz-Entladung. An-

schließlich wird eine transparente Acrylat-Klebmasse (Eigenpolymerisat aus 47 % Butylacrylat, 47 % Ethylhexylacrylat, 6 % Acrylsäure) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Lösungsmittel Aceton/Benzin, Klebmasseauftrag nach Trocknung: 50 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck wird ein Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht (Breite 20 mm), wie er in Beispiel 1 beschrieben ist, auf den Schaumträger mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und der beschriebenen Klebmasse laminiert. Anschließend wird der gesamte Verbund bei 40 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % für 3 Tage im Trockenschrank eingelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Schaumträger und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug des Prüfstreifens. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß es zum kohäsiven Spalten des Schaumes oder zum Ablösen des Prüfstreifens kommt. Die Haftung zwischen Klebmasse und Schaumträger ist damit deutlich besser als bei Vergleichsmustern, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsmustern wurde in allen Fällen eine adhäsives Versagen zwischen Schaumträger und Klebmasse und somit eine deutlich schlechter Haftung beobachtet.

Beispiel 6

[0043] Auf eine Polypropylenfolie, transparent, 500 mm breit und mit einer Dicke von 35 µm, wird eine Haftvermittlerschicht mittels Niederdruckplasmapolymerisation aufgebracht. Die Beschichtung erfolgt in einer Anlage entsprechend Figur 1 mit einem Acetylenfluß von 500 sccm bei einem Prozeßdruck von 3 mbar. Die Folie wird mit einer Geschwindigkeit von 100 m/min durch die Plasmazone (Länge 200 mm) geführt. Die Plasmaanregung erfolgt mittels gepulster MHz-Entladung bei einer Pulsfrequenz von 10³ Hz und einem Tastgrad von 0,3. Anschließend wird eine Kautschuk-Klebmasse (Eigenpolymerisat aus 43 % Natur-Kautschuk, 3 % Sillithin Z 86 weiß, 12 % Zinkoxid, 21 % Escorez® 1202 (Exon), 20 % Escorez® 365 (Exon), 0,4 % AS MBI 2 PLV® (Bayer), 0,6 % Sontal® (Bayer)) aus Lösung auf die haftvermittelnde Schicht aufgetragen (Klebmasseauftrag nach Trocknung: 20 g/m²). Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie wird durch einen Verankerungstest überprüft. Zu diesem Zweck werden Klebstreifen mit der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht und einer Breite von 20 mm auf PVC-Platten geklebt und angerollt (Stahlrolle, 80 mm Durchmesser, 2 kg Gewicht, wird mit ca. 10 m/min fünf mal über den Klebstreifen hin- und hergerollt). Anschließend wird der gesamte Verbund aus Klebstreifen mit erfindungsgemäßer Haftvermittlerschicht und PVC-Platte für 3 Tage bei

40 °C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % gelagert. Die Prüfung der Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse erfolgt nach der Lagerung durch Abzug der Prüfstreifen mit einer Geschwindigkeit von 2400 mm/min unter einem Winkel von 180° beziehungsweise 90°. Durch die erfindungsgemäße haftvermittelnde Schicht wird die Haftung zwischen Trägerfolie und Klebmasse wesentlich und überraschend stark und dauerhaft erhöht, so daß die Prüfstreifen vollständig wieder abgelöst werden können. Die Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie ist damit deutlich besser als bei Vergleichsklebefolien, bei denen anstatt der erfindungsgemäßen Haftvermittlerschicht naßchemische Primer beziehungsweise eine Corona- oder Flammvorbehandlung eingesetzt wurden. Bei den Vergleichsklebstreifen wurde in allen Fällen eine adhäsives Versagen zwischen Trägerfolie und Klebmasse beobachtet und somit eine deutlich schlechtere Haftung zwischen Klebmasse und Trägerfolie.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von zumindest einseitigen Klebebändern, wobei zwischen Träger und Klebmasse zur Haftvermittlung Haftvermittlerschichten mittels Niederdruckplasmapolymerisation auf den Träger aufgebracht werden, indem der Träger kontinuierlich durch eine Plasmazone geführt wird, in der ein Niederdruckplasma vorhanden ist, das durch elektrische Entladung, insbesondere kHz-, MHz- oder GHz-Entladung, erzeugt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei einem Gasdruck oder Gasgemischdruck von 10⁻³ bis 20 mbar beschichtet wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** gepulste elektrische Entladungen zur Erzeugung des Plasmas eingesetzt werden.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Träger mit einer Geschwindigkeit von über 0,1 m/min, insbesondere größer 50 m/min, durch die Beschichtungszone bewegt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Beschichtungszeiten kürzer als eine Minute, insbesondere kleiner als eine Sekunde, sind.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** sich die Abwickelstation des Trägers, die Aufwickelstation und die Plasmazone in einer Vakuumkam-

mer befinden.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Träger mittels Vakuumschleusen durch die Plasmazone geführt wird. 5
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7 **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Bildung des Niederdruckplasmas als Monomere gesättigte Kohlenwasserstoffe mit Kettenlängen von C₁ bis C₆, insbesondere Methan, Ethan oder Propan, und/oder einfach beziehungsweise mehrfach ungesättigte Kohlenwasserstoffe mit Kettenlängen von C₁ bis C₆, vorzugsweise Acetylen oder Ethylen, und/oder sauerstoff- oder heteroelement-substituierte Verbindungen der gesättigten oder ungesättigten Kohlenwasserstoffe eingesetzt werden. 10
9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8 **dadurch gekennzeichnet, dass** als Träger- oder Zusatzgase nicht-polymerisierbare Gase wie Edelgase, Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff oder Verbindungen beziehungsweise Gasgemische eingesetzt werden. 15 20 25
10. Verfahren nach Anspruch 1 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Haftvermittlerschichten nahezu oder völlig transparent sind. 30
11. Verfahren nach Anspruch 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Träger Kunststofffolien, Schaumträger, Gewebeträger, Vliesträger oder Papierträger eingesetzt werden. 35

Claims

1. Process for producing at least one-sided adhesive tapes, in which adhesion promoter layers are applied to the backing, between backing and adhesive composition, by means of low-pressure plasma polymerization for promoting adhesion, the backing being guided continuously through a plasma zone in which there is a low-pressure plasma which is generated by electrical discharge, especially kHz, MHz or GHz discharge. 40
2. Process according to Claim 1, **characterized in that** coating is carried out at a gas pressure or gas-mixture pressure of from 10⁻³ to 20 mbar. 45
3. Process according to Claim 1 or 2, **characterized in that** pulsed electrical discharges are used to generate the plasma. 50 55

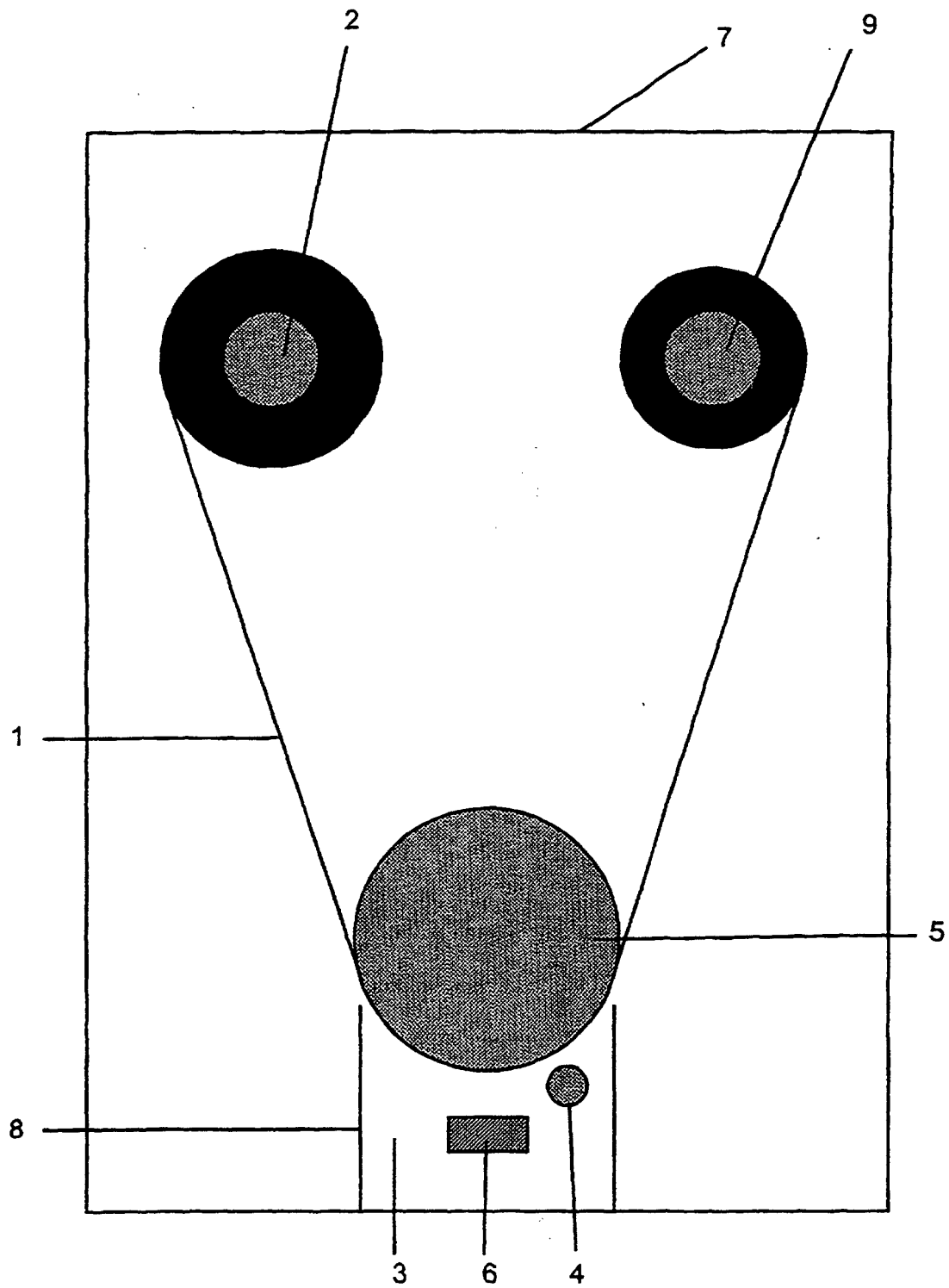
4. Process according to Claims 1 to 3, **characterized in that** the backing is conveyed through the coating zone at a rate of more than 0.1 m/min, in particular more than 50 m/min.
5. Process according to Claims 1 to 4, **characterized in that** the coating times are shorter than one minute, in particular lower than one second.
6. Process according to Claims 1 to 5, **characterized in that** the unwinding station of the backing, the winding station and the plasma zone are located in a vacuum chamber.
7. Process according to Claims 1 to 5, **characterized in that** the backing is guided through the plasma zone by means of vacuum locks.
8. Process according to Claims 1 to 7, **characterized in that** monomers used to form the low-pressure plasma are saturated hydrocarbons having chain lengths from C₁ to C₆, especially methane, ethane or propane, and/or mono- or polyunsaturated hydrocarbons having chain lengths from C₁ to C₆, preferably acetylene or ethylene, and/or oxygen- or heteroelement-substituted compounds of the saturated or unsaturated hydrocarbons.
9. Process according to Claims 1 to 8, **characterized in that** carrier gases or additional gases employed are non-polymerizable gases such as noble gases, oxygen, hydrogen, nitrogen or compounds, or gas mixtures.
10. Process according to Claims 1 to 9, **characterized in that** the adhesion promoter layers are virtually or completely transparent.
11. Process according to Claims 1 to 10, **characterized in that** backings that are employed are polymer films, foam substrates, woven substrates, non-woven substrates or paper substrates.

Revendications

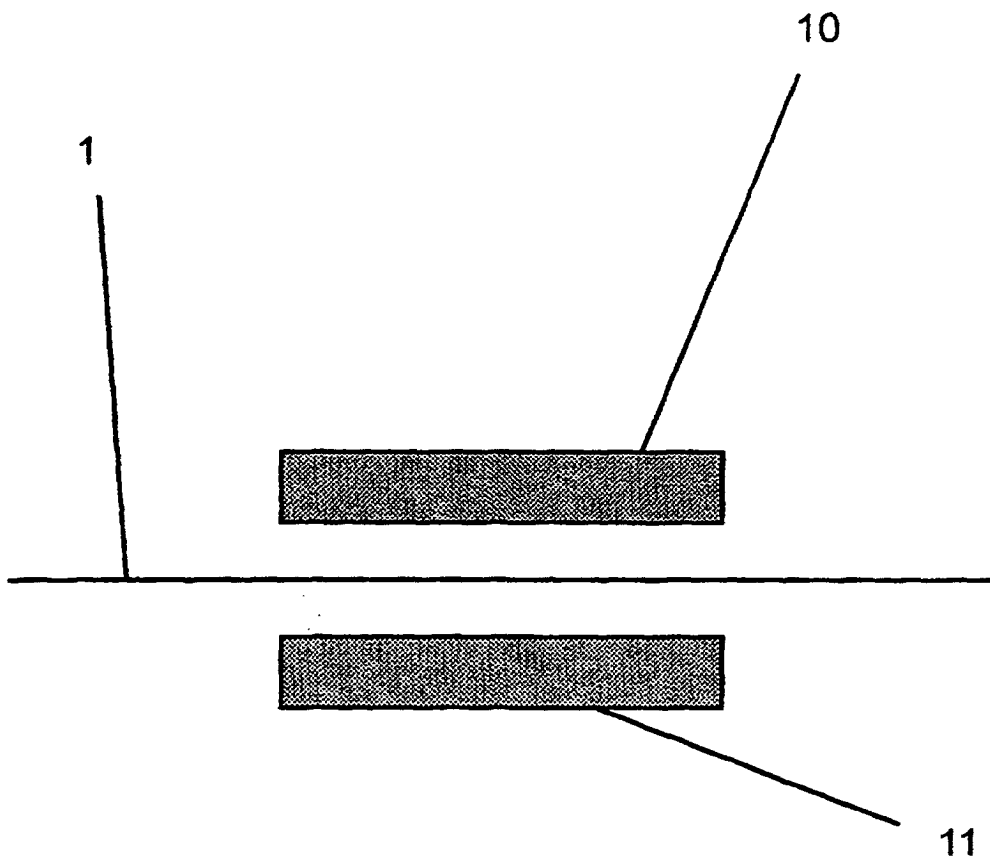
1. Procédé destiné à la réalisation de bandes adhésives au moins simple face, des couches de promoteur d'adhérence étant appliquées sur le support entre le support et la masse adhésive en vue de promouvoir l'adhérence, au moyen d'une polymérisation par plasma basse pression, dans lequel le support est guidé en continu dans une zone à plasma dans laquelle se trouve un plasma basse pression produit par une décharge électrique, en particulier une décharge de kHz, MHz ou GHz. 50
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en** 55

ce qu'on procède au revêtement à une pression de gaz ou de mélange gazeux de 10^{-3} à 20 mbars.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** des décharges électriques pulsées sont utilisées pour la production du plasma. 5
4. Procédé selon les revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** le support est déplacé à une vitesse supérieure à 0,1 m/min, en particulier supérieure à 50 m/min, dans la zone de revêtement. 10
5. Procédé selon les revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** les temps de revêtement sont inférieurs à une minute, en particulier inférieurs à une seconde. 15
6. Procédé selon les revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le poste de déroulement du support, le poste d'enroulement et la zone à plasma se trouvent dans une chambre à vide. 20
7. Procédé selon les revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le support est déplacé dans la zone à plasma au moyen de sas à vide. 25
8. Procédé selon les revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que**, pour la formation du plasma basse pression, on utilise comme monomères des hydrocarbures saturés présentant des longueurs de chaîne de C_1 à C_6 , en particulier le méthane, l'éthane ou le propane et/ou des hydrocarbures monoinsaturés ou, selon le cas, polyinsaturés présentant des longueurs de chaîne de C_1 à C_6 , de préférence l'acétylène ou l'éthylène, et/ou des composés substitués par oxygène ou des hétéroéléments des hydrocarbures saturés ou insaturés. 30
35
9. Procédé selon les revendications 1 à 8, **caractérisé en ce qu'on** utilise comme gaz support ou supplémentaires des gaz non polymérisables, tels que des gaz nobles, l'oxygène, l'hydrogène, l'azote ou des composés ou, selon le cas, des mélanges gazeux non polymérisables. 40
45
10. Procédé selon les revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** les couches de promoteur d'adhérence sont transparentes ou quasiment transparentes.
11. Procédé selon les revendications 1 à 10, **caractérisé en ce qu'on** utilise comme support des feuilles en matériau synthétique, des supports en mousse, des supports en tissu, des supports en non-tissé ou des supports en papier. 50
55



Figur 1



Figur 2