



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 675 819

(51) Int. CI.:

C09J 139/04 C09J 139/06 C08K 5/54

(2006.01) (2006.01) (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 04.03.2014 E 14157709 (8) (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 02.05.2018 EP 2789665

(54) Título: Imprimación de silano para la mejora de la adhesión de bandas adhesivas sobre superficies hidrófilas, en particular superficies de vidrio

(30) Prioridad:

11.04.2013 DE 102013206369

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 12.07.2018

(73) Titular/es:

TESA SE (100.0%) Hugo-Kirchberg-Strasse 1 22848 Norderstedt, DE

(72) Inventor/es:

DIETZE, SEBASTIAN; DOLLASE, THILO; **ELLRINGMANN, KAI;** KUPSKY, MARCO y SCHÜMANN, UWE

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

DESCRIPCIÓN

Imprimación de silano para la mejora de la adhesión de bandas adhesivas sobre superficies hidrófilas, en particular superficies de vidrio

5

La presente invención se refiere a una composición de imprimación para la mejora de la adhesión de bandas adhesivas sobre superficies hidrófilas, en particular superficies de vidrio, en la que la composición de imprimación debe poder contener preferentemente otras sustancias funcionales, a modo de carga, sin que debido a ello se altere la acción adhesiva de la imprimación.

10

15

Estado de la técnica

Las imprimaciones, denominadas con frecuencia también agente adhesivo o promotor de la adhesión, se conocen de manera múltiple en forma de productos comerciales o por la bibliografía técnica. Un resumen de las sustancias o clases de sustancias que pueden usarse en formulaciones de imprimación se encuentra en J.Bielemann, Lackadditive (1998), cap. 4.3., pág. 114-129.

Las composiciones de imprimación se divulgan en una pluralidad de documentos de patente, sin embargo sólo en algunos documentos se describen imprimaciones con las que debe conseguirse una mejora de la adherencia de bandas adhesivas.

En el documento WO 2008/094721 A1 se propone en relación con aplicaciones de banda adhesiva una composición de imprimación a base de una poliolefina modificada con anhídrido maleico y de una diamina orgánica, con la que debe conseguirse una mejora de la adherencia sobre materiales a base de poliolefina.

25

50

20

En el documento JP 2008-156566 A se divulga para aplicaciones de banda adhesiva una composición de imprimación a base de un polímero de acrilato acídico y de un copolímero que contiene flúor.

Para la mejora de la adherencia de una banda adhesiva sobre sustratos pintados con resina de melamina propone el documento WO 02/100961 A1 una composición de imprimación que contiene un copolímero injertado de un copolímero de acrilato, injertado con un grupo aminoalquilo, que contiene grupos amino primarios terminales, además contiene un copolímero de acrilato con grupos carboxilo en la cadena molecular y un disolvente.

El documento WO 03/052021 A1 describe una composición de imprimación que contiene una polidiorganosiloxanopoliurea con grupos ricos en electrones y puede tener la configuración de una imprimación, de un adhesivo, de un adhesivo sensible a la presión o de otra materia de revestimiento. También esta composición de imprimación se menciona en relación con aplicaciones de banda adhesiva.

En los documentos EP 833 865 B1, EP 833 866 B1, EP 739 383 B1 y US 5.602.202 se describen composiciones de imprimación a base de mezclas de copolímeros de bloque de estireno/dieno o copolímeros de bloque de estireno/dieno hidrogenado y poliacrilatos seleccionados, que deben mejorar la adherencia de bandas adhesivas espumadas adhesivas de manera sensible a la presión en los dos lados sobre superficies tanto energéticamente inferiores como también energéticamente superiores.

Una imprimación, que es adecuada para la mejora de la adhesión de bandas adhesivas sobre sustratos difícilmente adheribles, en particular sobre acero galvanizado así como sobre elastómeros termoplásticos a base de olefina, tal como por ejemplo PP/EPDM, se ha divulgado en el documento DE 10 2011 077 510 A1.

El documento US 6.372.895 B1 describe una imprimación a base de un caucho sintético, de un polipropileno clorado, de una resina epoxídica, de un agente adhesivo de silano, de un copolímero de acrilato y de un quelato.

Ninguno de los documentos mencionados trata sin embargo de la adhesión sobre vidrio.

Para la adhesión sobre bases hidrófilas tal como por ejemplo vidrio se usan con frecuencia imprimación de silano o bien agente adhesivo de silano o promotor de la adhesión. Éstos se describen por ejemplo en el documento DE 10 2009 007 930 A1 o el documento DE 10 2007 030 196 A1, además en el documento EP 577 014 A1, los documentos EP 1 693 350, EP 1 730 247, US 2008 0245 271, US 2008 023 425 o el documento WO 2008/025846.

Los compuestos divulgados en los documentos mencionados son adecuados sin embargo a lo sumo de manera moderada para la mejora de la fuerza de adhesión de bandas adhesivas sobre vidrio, dado que éstos no contienen componentes adecuados que mejoren la adhesión a un adhesivo sensible a la presión, en particular la adhesión a un adhesivo sensible a la presión a base de un copolímero de ésteres de ácido acrílico y opcionalmente ácido acrílico.

Cuando adicionalmente se desea la introducción de cargas funcionales en la imprimación, fracasan completamente los compuestos de los documentos mencionados, dado que las dispersiones, soluciones o preparación muy fluidas no pueden absorber tales cargas.

El documento US 6.646.048 B2 divulga una composición de imprimación de una resina acrílica reactiva, que está constituida por dos metacrilatos distintos, de los que al menos uno presenta una cadena lateral con al menos un anillo aromático, un compuesto de silano, una resina epoxídica del tipo bisfenol A y hollín. Esta composición de imprimación de una resina acrílica reactiva y un silano si bien es adecuada para la mejora de la adherencia de una masa de obturación a base de uretano o bien de un adhesivo reactivo sobre vidrio, sin embargo es totalmente inadecuada para la mejora de adhesión de una banda de adhesivo sensible a la presión sobre vidrio. Al contrario de una masa de obturación a base de uretano o bien un adhesivo reactivo, que reticula también aún tras la aplicación y puede contraer así de manera reactiva una unión química con la imprimación, ya no es reactiva la base polimérica de los adhesivos sensibles a la presión sobre bandas adhesivas durante la aplicación de la banda adhesiva, de modo que mediante la composición de imprimación del documento US no se consigue ninguna mejora de adhesión deseada.

Se han divulgado masas adhesivas sensibles a la presión a base de copolímeros de acrilato-N-vinilpirrolidona en los documentos US 2012/0328873 A1 y WO 99/01520 A1.

20 Objetivo de la invención

25

40

45

50

El objetivo de la invención es por tanto la facilitación de una imprimación para la mejora de la adhesión de bandas adhesivas, en particular aquéllas con un adhesivo sensible a la presión a base de copolímeros reticulados térmicamente de ésteres de ácido acrílico y ácido acrílico, sobre superficies hidrófilas tal como en particular vidrio. A este respecto debe permitir la imprimación preferentemente la introducción de cargas funcionales, sin que mediante esto se pierda o se reduzca de manera mensurable la acción adherente de la imprimación.

Solución del objetivo

30 Se soluciona este objetivo mediante una imprimación de acuerdo con la reivindicación independiente. El objeto de las reivindicaciones dependientes son a este respecto perfeccionamientos ventajosos de la imprimación, una posibilidad de uso así como un procedimiento para la preparación de una capa adherente de la imprimación.

Según esto se refiere la invención a una imprimación que comprende una mezcla disuelta o dispersada en uno o varios disolventes de

- un copolímero obtenido mediante copolimerización, preferentemente copolimerización por radicales, de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona y uno o varios de los siguientes monómeros:
 - a) un éster de ácido acrílico de un alcohol lineal, primario con 2 a 10 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol,
 - b) un éster de ácido acrílico de un alcohol ramificado, no cíclico con 4 a 12 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol,
 - c) ácido acrílico,

- uno o varios silanos organofuncionales,

que está caracterizada por que uno de los monómeros, por los que está constituido el copolímero, es acrilato de butilo.

A este respecto designa "vinilcaprolactama" N-vinilcaprolactama (n.º CAS 2235-00-9) y "vinilpirrolidona" N-vinil-2-pirrolidona (n.º CAS 88-12-0).

- Por un silano organofuncional se entiende en este documento compuestos de fórmula general (R¹O)₃Si-R²X o (R¹O)₂(R³)Si-R²X. Ejemplos típicos de los sustituyentes (R¹O) son grupos metoxi, etoxi, 2-metoxietoxi o acetoxi. El sustituyente R³ es normalmente un grupo metilo. Los sustituyentes R²X típicos que se tienen en cuenta son los grupos 3-glicidoxipropilo, vinilo, metacriloximetilo, 3-metacriloxipropilo, metilo, isooctilo, hexadecilo, ciclohexilo o fenilo, por nombrar sólo algunos ejemplos.
- Sorprendentemente se encontró que tales imprimaciones presentan una excelente adherencia sobre sustratos hidrófilos tal como en particular vidrio. Las bandas adhesivas, en particular aquellas con adhesivos sensibles a la presión polares, tal como sobre todo adhesivos sensibles a la presión a base de poli(éster de ácido acrílico), se adhieren de manera excelente sobre la imprimación. Por consiguiente es la imprimación un agente adhesivo excelente para adhesiones de bandas adhesivas sobre vidrio.

Además es posible llenar la imprimación con cargas, sin que perdiera su acción adherente mediante esto o se redujera mensurablemente. Con algunas cargas no se llega incluso en caso de una proporción de cargas que corresponde a una concentración múltiple de la concentración de silano, a una alteración de la acción adherente.

Más bien, las bandas adhesivas también con esta concentración de carga en la imprimación, se adhieren aún bien, de modo que en el ensayo de descascarillamiento en caso de adhesiones sobre vidrio se llega al fracaso cohesivo dentro de la banda adhesiva. Si se usa por ejemplo un pigmento de color como carga, puede conseguirse una opacidad en vista de esta posible concentración de cargas alta, es decir la imprimación puede colorearse de manera opaca.

Descripción más detallada de la invención:

10

15

20

25

35

40

45

50

55

60

65

Por una imprimación se entiende en este documento en consonancia con la norma DIN EN ISO 4618 una materia de revestimiento para la preparación de un revestimiento base. En general se aplica una imprimación o materia de revestimiento sobre la superficie de un sustrato, después se llega a la formación de película mediante evaporación del disolvente y/o mediante otro proceso de curado o formación de película químico o físico, y a continuación puede aplicarse sobre la capa así preparada otra materia distinta, por ejemplo una laca, una pintura, un adhesivo o una banda adhesiva. Condición previa para una acción adherente de una imprimación es que por un lado se consiga una muy buena adherencia de la capa de imprimación al sustrato, cuya superficie se designa en este documento también como base, y por otro lado se adhiera igualmente muy bien sobre la capa de imprimación preparada la otra materia distinta que va a aplicarse sobre esto. Una imprimación tiene una acción adherente óptima, cuando al intentar descascarillar la materia aplicada sobre la imprimación o el producto adhesivo aplicado sobre la imprimación, por ejemplo la banda adhesiva, llega al fracaso cohesivo dentro de la materia, del producto adhesivo o bien de la banda adhesiva o cuando se llega a este respecto a la destrucción del sustrato, sobre el que se aplicó previamente la imprimación. Cuando las fuerzas necesarias para el descascarillamiento de la materia, producto adhesivo o banda adhesiva aplicada sobre la imprimación son más altas que lo que son éstas cuando no se usa imprimación, se da una mejora de la adhesión o bien una mejora de la fuerza adhesiva. Cuanto más altas sean estas fuerzas, más fuerte es la mejora de la adhesión o bien la mejora de la fuerza adhesiva.

Un disolvente en el sentido de este documento es cualquier líquido conocido que sea adecuado para disolver o al menos distribuir finamente la mezcla divulgada en la reivindicación independiente. Disolventes de acuerdo con la invención preferentes son disolventes orgánicos, tal como por ejemplo alcoholes, ésteres, cetonas, hidrocarburos alifáticos o aromáticos así como hidrocarburos halogenados, por nombrar algunos ejemplos. Igualmente están incluidos por la idea de la invención agua u otros disolventes inorgánicos.

Por una mezcla dispersada se entiende en este documento una mezcla finamente distribuida, homogénea. El grado de la distribución fina y homogeneidad no se define de manera estricta, sin embargo éste debe ser suficiente de manera que se llegue tras el revestimiento a la formación de una capa cerrada y la magnitud de los aglomerados o agregados disueltos no en el plano molecular es bastante baja de manera que se garantice la función de la capa de imprimación como capa adherente.

La característica esencial de la mezcla contenida en la imprimación de acuerdo con la invención es que esta mezcla comprenda al menos un copolímero, preferentemente que puede obtenerse mediante copolimerización por radicales, de los siguientes monómeros:

vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona y uno o varios de los siguientes monómeros:

- a) un éster de ácido acrílico de un alcohol lineal, primario con 2 a 10 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol.
- b) un éster de ácido acrílico de un alcohol ramificado, no cíclico con 4 a 12 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol,
 - c) ácido acrílico,

en la que uno de los monómeros, por los que está constituido el copolímero, es acrilato de butilo y la suma de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona así como de los componentes a) a c) constituya ventajosamente – en caso de varios copolímeros respectivamente – el 100 por ciento en masa del copolímero.

Es especialmente ventajosa una imprimación descrita anteriormente, en la que el copolímero es un adhesivo sensible a la presión.

Por un adhesivo sensible a la presión se entiende en este documento como en el uso del idioma general una materia que - en particular a temperatura ambiente – es pegajosa así como puede adherirse de manera permanente. Es característico de un adhesivo sensible a la presión que éste puede aplicarse mediante presión sobre un sustrato y allí permanece adherido, no definiéndose en más detalle la presión que va a aplicarse y la duración de acción de esta presión. En muchos casos, dependiendo del tipo exacto del adhesivo, de la temperatura y de la humedad del aire así como del sustrato, basta la acción de una presión breve, mínima, que no exceda de un ligero contacto

durante un breve momento para conseguir el efecto de adherencia, en otros casos puede ser necesario también una duración de la acción a largo plazo de una alta presión.

Los adhesivos sensibles a la presión tienen propiedades viscoelásticas características, especiales, que conducen a la pegajosidad y capacidad de adhesión permanente.

Es característico de éstos que cuando éstos se deforman mecánicamente se produzcan tanto procesos de flujo viscosos como también la creación de fuerzas de reposicionamiento elásticas. Los dos procesos se encuentran en cuanto a su respectiva proporción en una determinada relación uno con respecto a otro, dependiendo tanto de la composición exacta, de la estructura y del grado de reticulación del adhesivo sensible a la presión que va a considerarse como también de la velocidad y duración de la deformación así como de la temperatura.

El flujo viscoso proporcional es necesario para la obtención de la adhesión. Sólo las proporciones viscosas, causadas por macromoléculas con movilidad relativamente grande, permiten una buena humectación y un buen flujo sobre el sustrato que va a adherirse. Una alta proporción de flujo viscoso conduce a una alta adhesividad (también designada como pegajosidad o pegajosidad superficial) y con ello con frecuencia también a una alta fuerza adhesiva. Los sistemas muy reticulados, polímeros cristalinos o solidificados a modo de vidrio por regla general no son adhesivos o al menos sólo muy poco adhesivos, a falta de proporciones con capacidad de flujo.

Las fuerzas de reposicionamiento elásticas proporcionales son necesarias para la obtención de cohesión. Éstas se producen por ejemplo mediante macromoléculas de cadena muy larga y fuertemente enredadas así como mediante macromoléculas reticuladas física o químicamente y permiten la transferencia de las fuerzas que atacan sobre una unión adhesiva. Éstas conducen a que una unión adhesiva pueda resistir una carga duradera que actúa sobre ésta, por ejemplo en forma de una carga de cizallamiento permanente, en medida suficiente durante un espacio de tiempo más largo.

Para la descripción y cuantificación más exacta de la medida de proporción elástica y viscosa así como de la relación de las proporciones una con respecto a otra pueden consultarse las magnitudes, que pueden determinarse por medio del análisis dinámico mecánico (DMA), módulo de almacenamiento (G') y módulo de pérdidas (G"). G' es una medida de la proporción elástica, G" una medida de la proporción viscosa de una materia. Las dos magnitudes dependen de la frecuencia de deformación y de la temperatura.

Las magnitudes pueden determinarse con ayuda de un reómetro. El material que va a someterse a ensayo se somete a este respecto, por ejemplo en una disposición placa-placa, a una solicitación por cizallamiento de oscilación sinusoidal. En aparatos controlados por tensión de cizallamiento se miden la deformación como función del tiempo y del desplazamiento temporal de esta deformación frente a la introducción de la tensión de cizallamiento.

Este desplazamiento temporal se designa como ángulo de fases δ .

5

10

15

30

35

50

65

El módulo de almacenamiento G' se define tal como sigue: $G' = (\tau/\gamma) \cdot \cos(\delta)$ (τ = tensión de cizallamiento, γ = deformación, δ = ángulo de fases = desplazamiento de fases entre el vector de tensión de cizallamiento y de deformación). La definición del módulo de pérdidas G" dice: $G'' = (\tau/\gamma) \cdot \sin(\delta)$ (τ = tensión de cizallamiento, γ = deformación, δ = ángulo de fases = desplazamiento de fases entre el vector de tensión de cizallamiento y de deformación).

Una materia se considera en general adhesiva de manera sensible a la presión y se define en el sentido de este documento como adhesiva de manera sensible a la presión, cuando a temperatura ambiente, en el presente documento de acuerdo con la definición a 23 °C, en el intervalo de frecuencia de deformación de 10⁰ a 10¹ rad/s, G' se encuentra al menos en parte en el intervalo de 10³ a 10⁷ Pa y cuando G" se encuentra igualmente al menos en parte en este intervalo. En parte quiere decir que al menos una sección de la curva G' se encuentra dentro de la ventana que se fija mediante el intervalo de frecuencia de deformación de 10⁰ inclusive a 10¹ inclusive rad/s (abscisas) así como el intervalo de los valores G' de 10³ inclusive a 10⁷ inclusive Pa (ordenadas) y cuando al menos una sección de la curva G" se encuentra igualmente dentro de esta ventana.

Los adhesivos sensibles a la presión, que contienen vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona en el copolímero, presentan habitualmente sólo propiedades adhesivas promedio. Tanto más sorprendente era que en el contexto de la presente invención se encontró que una imprimación, que contiene como adhesivo sensible a la presión un copolímero de acuerdo con la invención con vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona como componentes monoméricos, presenta propiedades adherentes relevantes como imprimación y establece una unión muy sólida de bandas adhesivas al sustrato hidrófilo, en particular vidrio.

Una imprimación, cuyo copolímero presenta sólo los componentes mencionados en la reivindicación independiente, es decir está constituida sólo por estos componentes, sin que estén contenidos otros monómeros que pueden copolimerizarse, y en la que el copolímero es un adhesivo sensible a la presión, es espacialmente adecuada y presenta propiedades adherentes especialmente buenas. En un copolímero de este tipo se limita el copolímero por

consiguiente a vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona así como los componentes a) a c), de modo que el copolímero no se base en ningún otro monómero que puede copolimerizarse aparte de ésteres de ácido acrílico lineales con 2 a 10 átomos de C en el resto alquilo del alcohol, ésteres de ácido acrílico ramificados no cíclicos con 4 a 12 inclusive átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol y ácido acrílico. El adhesivo sensible a la presión como parte constituyente de la imprimación de acuerdo con la invención se caracteriza por que puede prescindirse de la presencia de otros comonómeros y componentes - en particular plastificantes – distintos de los mencionados. Así puede prescindirse por ejemplo completamente de comonómeros con módulos de hidrocarburos cíclicos.

Los ésteres de ácido alquílico lineales con 2 a 10 átomos de C en el resto alquilo son acrilato de etilo, acrilato de n-propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de n-pentilo, acrilato de n-hexilo, acrilato de n-hexilo, acrilato de n-nonilo, acrilato de n-decilo.

5

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Los ésteres de ácido acrílico ramificados no cíclicos con 4 a 12 inclusive átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol se seleccionan preferentemente del grupo que está constituido por acrilato de 2-etilhexilo (EHA), acrilato de 2-propilheptilo, acrilato de iso-otilo, acrilato de iso-butilo, acrilato de iso-amilo y/o acrilato de iso-decilo. Se ha mostrado especialmente ventajoso cuando como éster de ácido acrílico ramificado no cíclico se usan acrilato de 2-etilhexilo (EHA), acrilato de 2-propilheptilo y/o acrilato de isooctilo (de manera más exacta: los ésteres de ácido acrílico, en los que el componente alcohol se basa en una mezcla de isooctanoles primarios, o sea en aquéllos alcoholes que pueden obtenerse a partir de una mezcla de isohepteno mediante hidroformilación e hidrogenación posterior).

Es muy preferente un adhesivo sensible a la presión, cuyo copolímero se basa en vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona y acrilato de n-butilo. Como otro monómero se prefiere especialmente vinilcaprolactama. Un copolímero especialmente adecuado está constituido por tanto por los dos componentes vinilcaprolactama y acrilato de n-butilo.

En otra configuración ventajosa de la presente invención presenta el copolímero hasta el 10 por ciento en masa de otros monómeros que pueden copolimerizarse, con respecto a la suma de los monómeros.

Como otros monómeros que pueden copolimerizarse usados opcionalmente hasta el 10 por ciento en masa pueden usarse sin limitación especial todos los monómeros o mezclas de monómeros que contienen dobles enlaces C=C que pueden polimerizarse por radicales conocidos por el experto. Los monómeros mencionados a modo de ejemplo para ello son: acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de propilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, acrilato de bencilo, metacrilato de bencilo, acrilato de sec-butilo, acrilato de terc-butilo, acrilato de fenilo, metacrilato de fenilo, acrilato de isobornilo, metacrilato de isobornilo, acrilato t-butilfenilo, metacrilato de t-butilfenilo, metacrilato de dodecilo, acrilato de laurilo, acrilato de n-undecilo, acrilato de estearilo, acrilato de tridecilo, acrilato de behenilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclopentilo, acrilato de fenoxietilo, metacrilato fenoxietilo, metacrilato de 2butoxietilo, acrilato de 2-butoxi-etilo, acrilato de 3,3,5-trimetilciclohexilo, acrilato de 3,5-dimetiladamantilo, metacrilato de 4-cumil-fenilo, acrilato de cianoetilo, metacrilato de cianoetilo, acrilato de 4-bifenilo, metacrilato de 4-bifenilo, acrilato de 2-naftilo, metacrilato de 2-naftilo, acrilato de tetrahidrofufurilo, anhídrido maleico, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, metacrilato de 6-hidroxihexilo, alcohol alílico, acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo, acrilato 2-butoxi-etilo, metacrilato de 2-butoxietilo, 3metoxiacrilato de metilo, acrilato de 3-metoxibutilo, acrilato de fenoxietilo, metacrilato de fenoxi-etilo, metacrilato de 2-fenoxietilo, metacrilato de butildiglicol, acrilato de etilenglicol, acrilato de etilenglicolmonometilo, metacrilato de metoxi-polietilenglicol 350, metacrilato de metoxi-polietilenglicol 500, monometacrilato de propilenglicol, metacrilato de butoxidietilenglicol, metacrilato de etoxitrietilenglicol, acrilato de octafluoropentilo, metacrilato de octafluoropentilo, metacrilato de 2,2,2-trifluoroetilo, acrilato de 1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropilo, metacrilato de 1,1,1,3,3,3hexafluoroisopropilo, metacrilato de 2,2,3,3,3-pentafluoropropilo, metacrilato de 2,2,3,4,4,4-hexafluorobutilo, acrilato 2,2,3,3,4,4,4-heptafluorobutilo. de 2.2.3.3.4.4.4-heptafluorobutilo. metacrilato 2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-pentadecafluorooctilo, dimetilaminopropilacrilamida, dimetilaminopropilmetacrilamida, N-(1-metil-undecil)acrilamida, N-(n-butoximetil)acrilamida, N-(butoximetil)metacrilamida, N-(etoximetil)acrilamida, N-(noctadecil)acrilamida, además amidas sustituidas con N,N-dialquilo, tal como por ejemplo N,N-dimetilacrilamida, N,Ndimetilmetacrilamida, N-bencilacrilamidas, N-isopropilacrilamida, N-terc-butilacrilamida, N-terc-octilacrilamida, Nmetilolacrilamida, N-metilolmetacrilamida, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, viniléter, tal como vinilmetiléter, etilviniléter, vinilisobutiléter, viniléster, tal como acetato de vinilo, cloruro de vinilo, haluros de vinilo, cloruro de de vinilideno, vinilpiridina, 4-vinilpiridina, N-vinilftalimida, estireno, a- y p-metilestireno, a-butilestireno, 4-nbutilestireno, 4-n-decilestireno, 3,4-dimetoxiestireno. Macromonómeros tal como metacrilato de 2-poliestirenoetilo (peso molecular MW de 4000 a 13000 g/mol), metacrilato de poli(metacrilato de metilo)etilo (MW de 2000 a 8000

Preferentemente contiene el copolímero de la imprimación de acuerdo con la invención como máximo el 50 por ciento en masa, preferentemente como máximo el 40 por ciento en masa de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero. Además contiene el copolímero de la imprimación de acuerdo con la invención preferentemente al menos el 15 por ciento en masa, preferentemente al menos el 20 por ciento en masa de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero, prefiriéndose especialmente el 30 por ciento en masa de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona.

Con respecto a la proporción de ácido acrílico es especialmente ventajosa una proporción del 20 por ciento en masa, preferentemente del 10 por ciento en masa, de manera especialmente preferente del 0 por ciento en masa, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero, en el copolímero.

- Ventajosamente se realiza la reticulación de los monómeros para dar el copolímero mediante reticulación térmica. El término "reticulación térmica" se refiere a que la reacción de reticulación química o bien las reacciones de reticulación mediante acción de la temperatura se usa o bien se usan o se inicia o bien se inician y no mediante acción de radiación. Las reacciones de reticulación en esta invención no se inician por tanto preferentemente ni mediante radiación actínica ni mediante radiación ionizante tal como por ejemplo rayos UV, rayos X ni haces de electrones. La temperatura, a la que se usan o se inician las reacciones de reticulación químicas, puede encontrarse a temperatura ambiente o incluso por debajo de ésta. La reacción de reticulación comienza tras la evaporación del disolvente.
- Otras partes constituyentes del adhesivo sensible a la presión pueden ser por ejemplo otros polímeros, resinas, plastificantes, estabilizadores, aditivos reológicos, cargas, agentes reticuladores, iniciadores, catalizadores, agentes aceleradores y similares adicionales, tal como se conocen por el experto para adhesivos sensibles a la presión como aditivos o bien como componentes.
- Ventajosamente, la imprimación de acuerdo con la invención está libre de otros polímeros adicionales, en particular de poliolefinas cloradas. Es ventajosa igualmente la ausencia de agentes reticuladores adicionales. También la ausencia de resinas epoxídicas proporciona imprimaciones especialmente adecuadas. La imprimación de acuerdo con la invención tampoco contiene ventajosamente ningún plastificante así como ningún iniciador, catalizador o agente acelerador.
- Por una poliolefina clorada se entiende a este respecto una poliolefina que se cloró. Con resinas epoxídicas se quiere decir en el presente documento todos los oligómeros no reticulados, sólidos o líquidos a temperatura ambiente, solubles en disolventes adecuados, que llevan dos o más grupos epóxido.
- Tal como ya se ha mencionado anteriormente, se trata en el caso del al menos un silano organofuncional de acuerdo con la presente invención de compuestos de fórmula general (R¹O)₃Si-R²X o (R¹O)₂(R³)Si-R²X. Ejemplos típicos de los sustituyentes (R¹O) son grupos metoxi, etoxi, 2-metoxietoxi o acetoxi. El sustituyente R³ es normalmente un grupo metilo. Los sustituyentes R²X típicos que se tienen en cuenta son los grupos 3-glicidoxipropilo, vinilo, metacriloximetilo, 3-metacriloxipropilo, metilo, isooctilo, hexadecilo, ciclohexilo o fenilo, por nombrar sólo algunos ejemplos.
 - Se prefieren especialmente a este respecto silanos organofuncionales, que tengan funcionalidad glicidoxi. En el presente documento pueden mencionarse en particular 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano y 3-glicidoxipropiltrietoxisilano, que se comercializan por la empresa Wacker con la denominación de producto GENIOSIL® GF 80 o bien GENIOSIL® GF 82.

40

45

55

- Además se prefieren aquellos silanos organofuncionales, que tienen funcionalidad amino o funcionalidad vinilo. Como silanos con funcionalidad amino pueden mencionarse N-ciclohexilaminometilmetildietoxisilano, N-ciclohexilaminometiltrietoxisilano, N-fenilaminometiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-amino-propiltrimetoxisilano, N-ciclohexil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano, Como silanos con funcionalidad vinilo se usan por ejemplo viniltrimetoxisilano, vinildimetoximetilsilano, viniltrietoxisilano, viniltris(2-metoxietoxi)-silano y viniltriacetoxisilano.
- Como disolvente para la imprimación de acuerdo con la invención son especialmente adecuados alcoholes o disolventes que contienen alcoholes, pudiéndose usar un alcohol individual o una mezcla de varios alcoholes. Entre los alcoholes ha resultado especialmente ventajoso isopropanol.
 - Con respecto a la relación de copolímero con respecto a silano organofuncional es la concentración del copolímero de la mezcla disuelta o dispersada en el uno o en los varios disolventes más alta que la del uno o de los varios silanos organofuncionales.
 - A este respecto se prefiere especialmente cuando la concentración del copolímero de la mezcla disuelta o dispersada en el uno o en los varios disolventes asciende a entre el 1,0 por ciento en masa inclusive y el 30,0 por ciento en masa inclusive, preferentemente entre el 2,0 por ciento en masa inclusive y el 20,0 por ciento en masa inclusive, en particular entre el 3,0 por ciento en masa inclusive y el 10,0 por ciento en masa inclusive, en cada caso con respecto a la imprimación. Los silanos organofuncionales están contenidos ventajosamente en una concentración de entre el 0,1 por ciento en masa inclusive y el 5 por ciento en masa inclusive, preferentemente entre el 0,5 inclusive y el 2,0.
- 65 En otra forma de realización ventajosa de la imprimación de acuerdo con la invención contiene la imprimación adicionalmente uno o varios blanqueadores ópticos fluorescentes conocidos. La función del blanqueador óptico

fluorescente es la identificación de una base con imprimación. Sin identificación óptica es difícil con frecuencia diferenciar una base con imprimación de una base sin imprimación, dado que el espesor de aplicación de una imprimación es por regla general muy delgado y por consiguiente apenas es ópticamente visible. Un blanqueador óptico fluorescente conocido es 2,5-tiofendiilbis(5-terc-butil-1,3-benzoxazol), n.º CAS 7128-64-5, obtenible comercialmente con el nombre comercial TinopalOB®.

Propiedades de producto

5

25

30

35

45

60

- Las imprimaciones de acuerdo con la composición anterior tienen una excelente adherencia sobre en particular vidrio, sin embargo también sobre muchas otras superficies hidrófilas tal como por ejemplo material cerámico. Las bandas adhesivas con adhesivos sensibles a la presión polares, en particular adhesivos sensibles a la presión a base de copolímeros de ésteres de ácido acrílico y ácido acrílico se adhieren de manera excelente sobre la imprimación. La adherencia excelente se muestra en que la banda adhesiva puede desprenderse entonces de manera predominante tan sólo con destrozo, es decir con disociación interna de la banda adhesiva. Tras almacenamientos en caliente y humedad de varias semanas o almacenamientos con clima variable considerando temperaturas de 60 °C a 90 °C con humedad del aire relativa simultánea superior o igual al 80 % de la banda adhesiva aplicada mediante adhesión sobre la base revestida con la imprimación puede desprenderse la banda adhesiva predominantemente sólo con destrozo característico.
- Sorprendentemente se encontró en el contexto de la presente invención que la acción adherente de la imprimación no se altera tampoco entonces o a lo sumo no de manera mensurable cuando se añaden a la imprimación cargas. Una proporción de carga, que corresponde a la concentración múltiple de la concentración de silano, es posible en caso de algunas cargas sin problema, sin que se llegue a una alteración de la acción adherente. Las cargas especialmente adecuadas en relación a esto son pigmentos de color o también cargas minerales.
 - De esta manera es posible dotar imprimaciones de determinadas funcionalidades cuando se usan concretamente cargas funcionales. Así puede colorearse la imprimación cuando se añaden pigmentos de color tal como por ejemplo hollín o dióxido de titanio. En vista de la posible concentración de cargas alta es posible que la imprimación consiga una opacidad completa, es decir que pueda conseguir una transmisión del 0 % en el espectro UV/VIS.
 - La imprimación puede hacerse además eléctrica o térmicamente conductora, cuando por ejemplo se añaden partículas metálicas. También puede ajustarse la imprimación mediante la elección de la carga en su valor de pH, de manera que por ejemplo mediante el uso de óxido de calcio pueda conseguirse una acción antibacteriana. También pueden usarse cargas de acción reológica, tal como por ejemplo ácidos silícicos pirógenos, de modo que pueden conseguirse por ejemplo también capas de imprimación relativamente gruesas, dimensionalmente estables. Además es posible reducir los costes para la impregnación mediante una alta proporción de cargas minerales económicas, tal como por ejemplo creta, sin que se altere de manera mensurable la capacidad de rendimiento.
- Esto abre un gran espectro de nuevas posibilidades de uso para la imprimación. Así pueden cubrirse propiedades que hasta ahora debían realizarse por el adhesivo, tal como una coloración, ahora mediante la imprimación, lo que conlleva a su vez la ventaja de que pueden plantearse exigencias más bajas al sistema de adhesivo.
 - La preparación de una capa adherente con la imprimación de acuerdo con la invención se realiza de manera conocida, aplicándose concretamente sobre un sustrato en primer lugar la imprimación. A continuación se deja evaporar el o los disolventes, a raíz de lo cual puede aplicarse la banda adhesiva. Entre la aplicación/evaporación del disolvente y la aplicación de la banda adhesiva pueden encontrarse sólo algunos minutos, sin embargo también muchos días o semanas.
- Por medio de los siguientes ejemplos se describirá en más detalle la invención, sin querer limitar la invención con esto.
 - Los siguientes procedimientos de prueba se usaron para caracterizar brevemente las muestras preparadas de acuerdo con la invención:
- 55 <u>Análisis dinámico-mecánico (DMA) para la determinación del módulo de almacenamiento G' y del módulo de</u> pérdidas G"
 - Para la caracterización de la adhesividad sensible a la presión de los copolímeros contenidos en la imprimación se realizaron determinaciones del módulo de almacenamiento G' y del módulo de pérdidas G" por medio del análisis dinámico-mecánico (DMA).
 - Las mediciones se realizaron con el reómetro controlado por tensión de cizallamiento DSR 200 N de la empresa Rheometric Scientific en el ensayo de oscilación con una solicitación por cizallamiento de oscilación sinusoidal en una disposición placa-placa. El módulo de almacenamiento G' y el módulo de pérdidas G" se determinaron en el barrido de frecuencia de 10⁻¹ a 10² rad/s a una temperatura de 23 °C. G' y G" se definen de la siguiente manera:

 $G' = (\tau/\gamma) \cdot \cos(\delta)$ (τ = tensión de cizallamiento, γ = deformación, δ = ángulo de fases = desplazamiento de fases entre el vector de tensión de cizallamiento y de deformación).

G" = (τ/γ) •sin (δ) (τ = tensión de cizallamiento, γ = deformación, δ = ángulo de fases = desplazamiento de fases entre el vector de tensión de cizallamiento y de deformación).

La definición de la frecuencia angular dice: $\omega = 2\pi \cdot f$ (f = frecuencia). La unidad es rad/s.

El espesor de las muestras de copolímero adhesivas de manera sensible a la presión medidas ascendía siempre a entre 0,9 y 1,1 mm (1 +/- 0,1 mm). Las muestras de copolímero adhesivas de manera sensible a la presión se prepararon extendiéndose los copolímeros descritos a continuación sobre una lámina de poliéster siliconada en los dos lados (revestimiento separador), separándose por evaporación el disolvente a 70 °C y las extensiones de 100 µm de espesor así obtenidas se colocaron una sobre otra con frecuencia hasta que se había conseguido un espesor de aprox. 1 mm. El diámetro de la muestra ascendía en cada caso a 25 mm. La tensión previa se realizó con una carga de 3 N. El estrés de las probetas ascendía en todas las mediciones a 2500 Pa.

15 Fuerza adhesiva

5

10

20

25

30

40

45

50

55

60

La fuerza adhesiva se determinó de acuerdo con PSTC-101 a temperatura ambiente. Según este procedimiento se aplicó en primer lugar la imprimación sobre el sustrato (la base) de manera delgada. Esto se realizó con una extensión con pincel de la imprimación sobre el sustrato. Tras la evaporación del disolvente se aplicó (se aplicó mediante adhesión) la tira adhesiva que va a medirse (la banda adhesiva) sobre la base dotada ahora de la imprimación en un espesor de capa de aproximadamente 3 μ m a 5 μ m. Para ello se adhirió una tira de la banda adhesiva en anchura definida (convencional: 20 mm) sobre la base revestida con la imprimación con las dimensiones 50 mm x 125 mm x 1,1 mm mediante diez arrollamientos por medio de un rodillo de acero de 5 kg.

El tiempo entre el último arrollamiento de la banda adhesiva y la retirada ascendía: a) 1 hora, b) 3 días. El ángulo de retirada ascendía en cada caso a 90 °, la velocidad de retirada a 300 mm/min. La fuerza necesaria para la retirada es la fuerza adhesiva que se indica en la unidad N/cm y se refiere por consiguiente a una anchura de banda adhesiva normalizada de 1 cm. Además de la fuerza adhesiva se determinó el modo del fallo de la unión adhesiva. Las tiras adhesivas medidas estaban reforzadas en el lado trasero con una lámina de poliéster de 23 μm de espesor, ligeramente corroída con ácido tricloroacético. Todas las mediciones se realizaron en una habituación climatizada a 23 °C y un 50 % de humedad del aire relativa.

Almacenamientos climatizados

Los materiales compuestos del sustrato revestido con la imprimación de acuerdo con la invención y la banda adhesiva aplicada mediante adhesión sobre éste se sometieron a almacenamientos con condiciones climáticas seleccionadas para determinar la capacidad de carga climática de la adhesión.

Almacenamiento a): almacenamiento de dos semanas en un clima de 85 °C y un 85 % de humedad del aire relativa

Almacenamiento b): almacenamiento de clima variable de dos semanas con los ciclos de 4 horas a -40 °C, 4 horas de calentamiento / enfriamiento, 4 horas a 80 °C/80 % de humedad del aire relativa.

Tras transcurrir el tiempo de almacenamiento se sometieron las muestras reforzadas en el lado trasero con una lámina de poliéster de 23 μ m de espesor, ligeramente corroída con ácido tricloroacético a la prueba de fuerza adhesiva con un ángulo de retirada de en cada caso 90 ° y una velocidad de retirada de 300 mm/min en una habitación climatizada a 23 °C y un 50 % de humedad del aire relativa.

Temperatura de transición vítrea estática

La determinación de la temperatura de transición vítrea estática se realiza a través de la calorimetría diferencial dinámica según la norma DIN 53765. Las indicaciones con respecto a la temperatura de transición vítrea T_g se refieren al valor de temperatura de conversión vítrea T_g según la norma DIN 53765:1994-03, siempre que no se haya indicado de otro modo en el caso particular. Las curvas de calentamiento discurren con una velocidad de calentamiento de 10 K/min. Las muestras se miden en crisoles de Al con tapa perforada y atmósfera de nitrógeno. Se evalúa la segunda curva de calentamiento. Una temperatura de transición vítrea puede distinguirse como punto de inflexión en el termograma.

Pesos moleculares

La determinación del peso molecular promedio M_W o bien del peso molecular promedio M_N y la polidispersidad D se realizó por medio de cromatografía de permeación en gel (CPG). Como eluyente se usó THF con el 0,1 % en volumen de ácido trifluoroacético. La medición se realizó a 25 °C. Como columna previa se usó PSS-SDV, 5 μ m, 103 Å (10-7 m), DI 8,0 mm x 50 mm. Para la separación se usaron las columnas PSS-SDV, 5 μ m, 103 Å (10-7 m), 105 Å (10-5 m) y 106 Å (10-4 m) con en cada caso DI 8,0 mm x 300 mm. La concentración de la muestra ascendía a 4 g/l, la cantidad de flujo a 1,0 ml por minuto. Se midió frente a patrones de PMMA.

Contenido en sólidos

El contenido en sólidos es una medida de la proporción de partes constituyentes no evaporables en una solución de polímero. Éste se determina gravimétricamente, pesándose la solución, entonces evaporándose durante 2 horas a 120 °C en un armario de secado las proporciones evaporables y volviendo a pesar el residuo.

Valor K (según FIKENTSCHER)

- El valor K es una medida del tamaño molecular promedio de sustancias altamente poliméricas. Para la medición se prepararon soluciones de polímero toluénicas al uno por ciento (1 g/100 ml) y con ayuda de un viscosímetro VOGEL-OSSAG se determinaron sus viscosidades cinemáticas. Tras estandarizar con respecto a la viscosidad del tolueno se obtiene la viscosidad relativa, a partir de la cual puede calcularse según FIKENTSCHER el valor K (Polymer 8/1967, 381 y siguientes).
- 15 Se usaron los siguientes sustratos (bases sobre las que se aplicó en primer lugar la imprimación y a continuación de esto la banda adhesiva):
 - a) probeta de vidrio (empresa Rocholl GmbH)
 - b) azulejo cerámico (Baumarkt)

Las bandas adhesivas (bandas adhesivas de prueba), con las que se sometió a prueba la imprimación, se basaban en adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato. Para la preparación de estos adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato se usaron las siguientes materias primas:

Compuesto químico	Nombre	Fabricante o	n.º CAS
	comercial	proveedor	
peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo)	Perkadox 16	Akzo Nobel	15520-11-3
2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), AIBN	Vazo 64	DuPont	78-67-1
2,2'-azobis(2-metilbutironitrilos)	Vazo 67	DuPont	13472-08-7
pentaeritritoltetraglicidéter	Polypox R16	UPPC AG	3126-63-4
carboxilato de 3,4-epoxiciclohexilmetil-3,4-epoxiciclohexano	Uvacure 1500	Cytec Industries Inc.	2386-87-0
trietilentetramina	Epikure 925	Hexion Speciality Chemicals	112-24-3
microbalones (MB) (microesferas no expandidas-secas, diámetro de 9 a 15 μm, temperatura de inició de expansión de 106 a 111 °C, densidad de TMA ≤ 25 kg/m³)	Expancel 051DU 40	Expancel Nobel Industries	
resina de terpenofenol (punto de ablandamiento 110 °C; M _w = 500 a 800 g/mol; D = 1,50)	Dertophene T110	DRT resins	25359-84-6
éster n-butílico de ácido acrílico	acrilato de n- butilo	Rohm & Haas	141-32-2
ácido acrílico	ácido acrílico puro	BASF	79-10-7
acrilato de 2-etilhexilo		Brenntag	103-11-7
acrilato de metilo		BASF	96-33-3

La capacidad de expansión de los microbalones puede describirse mediante la determinación de la densidad de TMA [kg/m 3] (Stare Thermal Analysis System de la empresa Mettler Toledo; velocidad de calentamiento 20 $^{\circ}$ C/min). La densidad de TMA es según esto la densidad que puede conseguirse como mínimo a una temperatura determinada $T_{m\acute{a}x}$ con presión normal, antes de que colapsen los microbalones.

La determinación del punto de ablandamiento de las resinas se realiza según la norma DIN ISO 4625.

Además se usaron los siguientes disolventes para la preparación de los adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato contenidos en las bandas adhesivas de prueba:

Denominación	n.º CAS	Fabricante
bencina especial 60/95 o nafta (petróleo) ligera tratada con hidrógeno	64742-49-0	Shell, Exxon
acetona	67-64-1	Shell
isopropanol	67-63-0	Shell

20

5

25

30

Banda adhesiva de prueba 1

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Un <u>adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 1</u> a modo de ejemplo para la preparación de la <u>banda adhesiva de prueba 1</u> se preparó tal como sigue: Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 54,4 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 20,0 kg de acrilato de metilo, 5,6 kg de ácido acrílico y 53,3 kg de acetona/isopropanol (94:6). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 40 g de Vazo 67, disueltos en 400 g de acetona. A continuación se calentó el baño de calentamiento externo hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras 1 h se añadieron de nuevo 40 g de Vazo 67, disueltos en 400 g de acetona, y tras 4 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (94:6).

Tras 5 así como tras 7 h se inició posteriormente en cada caso con 120 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo), en cada caso disueltos en 400 g acetona. Tras un tiempo de reacción de 22 h se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El producto tenía un contenido en sólidos del 55,9 % y se liberó del disolvente en una prensa extrusora de concentración con vacío parcial (contenido en disolvente residual \leq 0,3 por ciento en masa). El poliacrilato resultante tenía un valor K de 58,8, un peso molecular promedio de Mw = 746.000 g/mol, una polidispersidad de D (Mw/Mn) = 8,9 y una temperatura de transición vítrea estática de T_g = - 35,6

Este polímero base se fundió en una prensa extrusora alimentadora (prensa extrusora transportadora de un solo husillo de la empresa TROESTER GmbH & CoKG, Alemania) y con ésta se transportó como masa fundida polimérica a través de un tubo flexible que puede calentarse hacia una prensa extrusora de rodillos planetarios de la empresa Entex (Bochum). A través de una abertura de dosificación se añadió ahora la resina fundida Dertophene T 110, de modo que se produjo una concentración de la resina en la masa fundida del 28,3 por ciento en masa. Además se añadió el agente reticulador Polypox R16. Su concentración en la masa fundida ascendía al 0,14 por ciento en masa. Todos los componentes se mezclaron para dar una masa fundida polimérica homogénea.

Por medio de una bomba de masa fundida y de un tubo flexible que puede calentarse se transfirió la masa fundida polimérica a una prensa extrusora de doble husillo (empresa Berstorff). Allí se añadió el agente acelerador Epikure 925. Su concentración en la masa fundida ascendía al 0,14 por ciento en masa. A continuación se liberó toda la mezcla de polímero en un domo a vacío con una presión de 175 mbar de todas las inclusiones de gas. A continuación de la zona de vacío se dosificaron los microbalones y se introdujeron por medio de un elemento de mezclado de manera homogénea en la mezcla de polímero. Su concentración en la masa fundida ascendía al 0,7 por ciento en masa. La mezcla de masa fundida producida se transfirió a una boquilla. Tras abandonar la boquilla, o sea tras la caída de la presión, se expandieron los microbalones introducidos, realizándose mediante la caída de presión un enfriamiento libre de cizallamiento de la masa polimérica. Se produjo un adhesivo sensible a la presión de poliacrilato espumado, que se moldeó a continuación por medio de una calandria de rodillos en forma de banda en un espesor de 0,8 mm y se cubrió con lámina separadora siliconada en ambos lados (50 µm de poliéster), durante lo cual avanzó la reacción de reticulación química. La película enrollada se almacenó durante cuatro semanas a temperatura ambiente, antes de que se usara posteriormente para la prueba de la imprimación. La película enrollada es la banda adhesiva de prueba 1.

Banda adhesiva de prueba 2

Un <u>adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2A</u> a modo de ejemplo para la preparación de la capa central de la <u>banda adhesiva de prueba 2</u> de tres capas se preparó tal como sigue:

Un reactor convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 30,0 kg de acrilato de 2-etilhexilo, 67,0 kg de acrilato de butilo, 3,0 kg de ácido acrílico y 66,7 kg de acetona/isopropanol (96:4). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 50 g de Vazo 67, disueltos en 500 g de acetona. A continuación se calentó el baño de calentamiento externo hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras 1 h se añadieron de nuevo 50 g de Vazo 67, disueltos en 500 g de acetona, y tras 2 h se diluyó con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (96:4). Tras 5,5 h se añadieron 150 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo), disueltos en 500 g de acetona; tras 6 h 30 min se diluyó de nuevo con 10 kg de mezcla de acetona/isopropanol (96:4). Tras 7 h se añadieron otros 150 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo), disueltos en 500 g de acetona y el baño caliente se reguló hasta una temperatura de 60 °C.

Tras un tiempo de reacción de 22 h se interrumpió la polimerización y se enfrió hasta temperatura ambiente. El producto tenía un contenido en sólidos del 50,2% y se secó. El poliacrilato resultante tenía un valor K de 75,2, un peso molecular promedio de Mw = 1.370.000 g/mol, una polidispersidad de D (Mw/Mn) = 17,13 y una temperatura de transición vítrea estática de Tg = -38,0 °C.

Este polímero base se fundió en una prensa extrusora alimentadora (prensa extrusora transportadora de un solo husillo de la empresa TROESTER GmbH & CoKG, Alemania) y con ésta se transportó como masa fundida polimérica a través de un tubo flexible que puede calentarse hacia una prensa extrusora de rodillos planetarios de la empresa Entex (Bochum). A través de una abertura de dosificación se añadió ahora el agente reticulador Polypox

R16. Su concentración en la masa fundida ascendía al 0,22 por ciento en masa. Todos los componentes se mezclaron para dar una masa fundida polimérica homogénea.

Por medio de una bomba de masa fundida y de un tubo flexible que puede calentarse se transfirió la masa fundida polimérica a una prensa extrusora de doble husillo (empresa Berstorff). Allí se añadió el agente acelerador Epikure 925. Su concentración en la masa fundida ascendía al 0,14 por ciento en masa. A continuación se liberó toda la mezcla de polímero en un domo a vacío con una presión de 175 mbar de todas las inclusiones de gas. A continuación de la zona de vacío se dosificaron los microbalones y se introdujeron por medio de un elemento de mezclado de manera homogénea en la mezcla de polímero. Su concentración en la masa fundida ascendía al 2,0 por ciento en masa. La mezcla de masa fundida producida se transfirió a una boquilla.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tras abandonar la boquilla, o sea tras la caída de la presión, se expandieron los microbalones introducidos, realizándose mediante la caída de la presión un enfriamiento libre de cizallamiento de la masa polimérica. Se produjo el adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2A espumado, que a continuación se moldeó por medio de una calandria de rodillos en forma de banda en un espesor de 0,8 mm y se cubrió con lámina separadora siliconada en ambos lados (50 µm de poliéster), durante lo cual avanzó la reacción de reticulación química. La película enrollada se almacenó antes del procesamiento posterior (véase a continuación) durante un día a temperatura ambiente

Un <u>adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B</u> a modo de ejemplo para la preparación de las capas exteriores de la <u>banda adhesiva de prueba 2</u> de tres capas se preparó tal como sigue:

Un reactor de vidrio de 100 l convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 4,8 kg de ácido acrílico, 11,6 kg de acrilato de butilo, 23,6 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación se calentó el baño de calentamiento exterior hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras un tiempo de reacción de 1 h se añadieron de nuevo 30 g de AIBN. Tras 4 y 8 h se diluyó con en cada caso 10,0 kg de mezcla de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores residuales se añadieron tras 8 h y tras 10 h en cada caso 90 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió tras un tiempo de reacción de 24 h y se enfrió hasta temperatura ambiente. A continuación se mezcló el poliacrilato con el 0,2 por ciento en masa del agente reticulador Uvacure en 1500, se diluyó hasta obtener un contenido en sólidos del 30 % con acetona y entonces de la solución se aplicó por revestimiento sobre una lámina separadora siliconada por los dos lados (50 μ m de poliéster). (velocidad de revestimiento 2,5 m/min, canal de secado 15 m, temperaturas zona 1: 40 °C, zona 2: 70 °C, zona 3: 95 °C, zona 4: 105 °C). El espesor ascendía a 50 μ m. La película enrollada se almacenó durante dos días a temperatura ambiente , antes de que se usara ésta posteriormente para la preparación de la banda adhesiva de prueba 2.

Sobre la película espumada del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2A se aplicó por laminación en los dos lados una película del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B. Directamente antes de la aplicación por laminación de la película del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B a la película espumada del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2A se trató previamente por medio de corona la superficie que va a laminarse en cada caso de la película del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2A con una dosis de corona de 35 Wmin/m² de aire. Antes de la segunda aplicación por laminación se cubrió la lámina separadora siliconada en los dos lados del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato espumado 2A. Tras la segunda aplicación por laminación se cubrió también una de las láminas separadoras siliconadas en los dos lados de los adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato espumados 2B. El material compuesto de tres capas de adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B / adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B / adhesivo sensible a la presión de poliacrilato 2B se enrolló y se almacenó durante cuatro semanas a temperatura ambiente, antes de que éste se usara posteriormente para la prueba de imprimación. El material compuesto enrollado es la banda adhesiva de prueba 2.

Los adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato descritos a modo de ejemplo en su composición y procedimiento de preparación se han descrito en detalle en el documento DE 10 2010 062 669. El contenido de la divulgación de este documento se integra de manera explícita en el contenido de divulgación de esta invención.

Para la preparación del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato contenido de acuerdo con la invención en la imprimación se usaron las siguientes materias primas

Compuesto químico	Nombre comercial	Fabricante	n.º CAS
N-vinilcaprolactama		Sigma-Aldrich	2235-00-9
N-vinil-2-pirrolidona		Sigma-Aldrich	88-12-0
éster n-butílico del ácido acrílico	acrilato de n-butilo	Rohm & Haas	141-32-2
acrilato de 2-etilhexilo		Brenntag	103-11-7
peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo)	Perkadox 16	Akzo Nobel	15520-11-3
2,2'-azobis(2-metilpropionitrilo), AIBN	Vazo 64	DuPont	78-67-1

Además se usaron los siguientes disolventes para la preparación del adhesivo sensible a la presión de poliacrilato contenido de acuerdo con la invención en la imprimación:

Denominación	n.º CAS	Fabricante
bencina especial 60/95 o nafta (petróleo) ligera tratada con hidrógeno	64742-49-0	Shell, Exxon
acetona	67-64-1	Shell

5 Los adhesivos sensibles a la presión de poliacrilato a modo de ejemplo para su uso como parte constituyente en la imprimación de acuerdo con la invención se prepararon tal como sigue:

Adhesivo sensible a la presión de imprimación 1

20

25

30

35

40

45

Un reactor de vidrio de 100 I convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 12,0 kg de Nvinilcaprolactama, 28,0 kg de acrilato de butilo y 26,7 kg de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación se calentó el baño de calentamiento exterior hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras un tiempo de reacción de 1 h se añadieron de nuevo 30 g de AIBN. Tras 4 y 8 h se diluyó con en cada caso 10,0 kg de mezcla de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores residuales se añadieron tras 8 h y tras 10 h en cada caso 90 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió tras un tiempo de reacción de 24 h y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato se diluyó hasta obtener un contenido en sólidos del 34,9 por ciento en masa con acetona. La solución así obtenida es el adhesivo sensible a la presión de imprimación 1.

Adhesivo sensible a la presión de imprimación 2 para un ejemplo de comparación

Un reactor de vidrio de 100 I convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 8,0 kg de N-vinilcaprolactama, 32,0 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación se calentó el baño de calentamiento exterior hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras un tiempo de reacción de 1 h se añadieron de nuevo 30 g de AIBN. Tras 4 y 8 h se diluyó con en cada caso 10,0 kg de mezcla de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores residuales se añadieron tras 8 h y tras 10 h en cada caso 90 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió tras un tiempo de reacción de 24 h y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato se diluyó hasta obtener un contenido en sólidos del 34,9 por ciento en masa con acetona. La solución así obtenida es el adhesivo sensible a la presión de imprimación 2.

Adhesivo sensible a la presión de imprimación 3

Un reactor de vidrio de 100 I convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 8,0 kg de N-vinil-2-pirrolidona, 32 kg de acrilato de butilo y 26,7 kg de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación se calentó el baño de calentamiento exterior hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras un tiempo de reacción de 1 h se añadieron de nuevo 30 g de AIBN. Tras 4 y 8 h se diluyó con en cada caso 10,0 kg de mezcla de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores residuales se añadieron tras 8 h y tras 10 h en cada caso 90 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió tras un tiempo de reacción de 24 h y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato se diluyó hasta obtener un contenido en sólidos del 34,9 por ciento en masa con acetona. La solución así obtenida es el adhesivo sensible a la presión de imprimación 3.

Adhesivo sensible a la presión de imprimación 4 para un ejemplo de comparación

Un reactor de vidrio de 100 I convencional para polimerizaciones por radicales se llenó con 154,6 kg de acrilato de butilo, 24,4 kg de acrilato de 2-etilhexilo y 26,7 kg de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Tras hacer pasar durante 45 minutos gas nitrógeno con agitación se calentó altamente el reactor hasta 58 °C y se añadieron 30 g de AIBN. A continuación se calentó el baño de calentamiento exterior hasta 75 °C y la reacción se realizó de manera constante a esta temperatura externa. Tras un tiempo de reacción de 1 h se añadieron de nuevo 30 g de AIBN. Tras 4 y 8 h se diluyó con en cada caso 10,0 kg de mezcla de acetona/bencina especial 60/95 (1:1). Para la reducción de los iniciadores residuales se añadieron tras 8 h y tras 10 h en cada caso 90 g de peroxidicarbonato de bis-(4-terc-butilciclohexilo). La reacción se interrumpió tras un tiempo de reacción de 24 h y se enfrió hasta temperatura ambiente. El poliacrilato se diluyó hasta obtener un contenido en sólidos del 34,9 por ciento en masa con acetona. La solución así obtenida es el adhesivo sensible a la presión de imprimación 4.

Los adhesivos sensibles a la presión de imprimación 1 a 4 se caracterizaron brevemente por mediciones de DMA. Las curvas de G' y G" de los adhesivos sensibles a la presión de imprimación 1 a 4 se encontraban en el intervalo de frecuencia de deformación de 10⁰ a 10¹ rad/s a 23 °C siempre al menos en parte en el intervalo de 10³ a 10⁷ Pa.

Para la preparación de las imprimaciones de acuerdo con la invención se usaron los adhesivos sensibles a la presión de imprimación descritos anteriormente en cuanto a su preparación y composición así como las siguientes materias primas:

Compuesto químico/ Descripción (indicaciones del fabricante)	Nombre comercial	Fabricante o proveedor	n.º CAS
3-glicidoxipropiltrimetoxisilano	Geniosil® GF 80	Wacker Chemie	2530-83-8
3-aminopropiltrietoxisilano	Geniosil® GF 93	Wacker Chemie	919-30-2
viniltrimetoxisilano	Geniosil [®] XL 10	Wacker Chemie	2768-02-7

Además se usó adicionalmente a los disolventes contenidos en los adhesivos sensibles a la presión de imprimación el siguiente disolvente para la preparación de la imprimación de acuerdo con la invención:

Denominación	n.º CAS	Fabricante o proveedor
isopropanol	67-63-0	Shell

10 Las siguientes cargas funcionales se introdujeron a modo de ejemplo en la imprimación:

Compuesto químico/ descripción (indicaciones del fabricante)	Nombre comercial	Fabricante o proveedor	n.º CAS
hollín de horno	Printex® 60	Evonik	1333-86-4
dióxido de titanio	Kronos [®] 2160	Kronos International	13463-67-7
óxido de calcio	cal fina blanca	RWK	1305-78-8
polvo de aluminio	laca de polvo de aluminio STANDART NOT®	Eckart	7429-90-5
creta molida	Omyacarb 4 BG ®	Omya	471-34-1
ácido silícico pirógeno hidrofobizado	Aerosil R202 [®]	Evonik	7631-86-9

Además se usó aún de los siguientes blanqueadores ópticos fluorescentes:

Compuesto químico/ descripción (indicaciones del fabricante)	Nombre comercial	Fabricante o proveedor	n.º CAS
2,5-tiofendiilbis(5-terc-butil-1,3-benzoxazol)	Tinopal OB [®]	BASF	7128-64-5

Ejemplos

Ejemplo 1

20 Composición de la imprimación:

Materia prima / Componente	Porcentaje
	en masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 1 (34,9 por ciento en peso de proporción de sólidos)	10,5
GENIOSIL® GF80	1,0
isopropanol	88,5

La imprimación se sometió a prueba de la siguiente manera con las bandas adhesivas de prueba, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva de prueba	Sustrato	Fuerza adhesiv	/a (300	Fuerza adhesiva tras climatizado (300 mm/min)	
do praesa		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/ 85	b) 2 semanas de
				% de humedad rel.	clima variable
1	vidrio	49 (80 % de K)	62 (K)	62 (K)	59 (K)
1	azulejo cerámico	46 (70 % de K)	60 (K)	59 (K)	55 (K)
2	vidrio	51 (80 % de K)	70 (K)	60 (K)	63 (K)

Banda adhesiva	Sustrato	Fuerza adhesiv	va (300	Fuerza adhesiva tras	s almacenamiento
de prueba		mm/min) (N/cm) climatizado (300 mm/min) (N/cm)			(N/cm)
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/ 85	b) 2 semanas de
				% de humedad rel.	clima variable
2	azulejo cerámico	48 (70 % de K)	71 (K)	66 (K)	60 (K)
K = disociación cohociva do la handa adhociva // a indisoción do norcentaio so refiere a la proporción					

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva.)

Ejemplo 2

Composición de la imprimación:

5

Materia prima / Componente	Porcentaje en masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 1 (34,9 por ciento en peso de proporción de sólidos)	10,5
GENIOSIL® GF93	1,0
isopropanol	88,5

La imprimación se sometió a prueba en las siguientes combinaciones, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva de prueba	Sustrato	Fuerza adhesiva (300 mm/min) (N/cm)		Fuerza adhesiva tras almacenamiento climatizado (300 mm/min) (N/cm)	
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/ 85	b) 2 semanas de
				% de humedad rel.	clima variable
1	vidrio	44 (70 % de K)	59 (K)	64 (K)	65 (K)
1	azulejo cerámico	39 (70 % de K)	59 (K)	59 (K)	52 (K)
2	vidrio	31 (60 % de K)	62 (K)	61 (K)	60 (K)
2	azulejo cerámico	28 (50 % de K)	69 (K)	59 (K)	66 (K)

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva.)

10 Ejemplo 3

Composición de la imprimación:

Materia prima / Componente	Porcentaje en
	masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 1 (34,9 por ciento en peso de proporción de sólidos)	10,5
GENIOSIL® XL10	1,0
isopropanol	88,5

La imprimación se sometió a prueba en las siguientes combinaciones, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva	Sustrato	Fuerza adhesi	va (300	Fuerza adhesiva tras	almacenamiento
de prueba		mm/min) (N/cm)		climatizado (300 mm/min) (N/cm)	
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/	b) 2 semanas de
				85 % de humedad rel.	clima variable
1	vidrio	56 (90 % de K)	56 (K)	62 (K)	70 (K)
1	azulejo	49 (90 % de K)	52 (K)	67 (K)	63 (K)
	cerámico				
2	vidrio	51 (80 % de K)	56 (K)	62 (K)	65 (K)
2	azulejo	53 (70 % de K)	55 (K)	69 (K)	69 (K)
	cerámico	,	, ,	, ,	

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva.)

Ejemplo 4 (ejemplo de comparación)

Composición de la imprimación:

Materia prima / Componente	Porcentaje en
	masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 2 (34,9 por ciento en peso de proporción de sólidos)	10,5
GENIOSIL® GF 80	1,0
isopropanol	88,5

La imprimación se sometió a prueba en las siguientes combinaciones, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva	Sustrato	Fuerza adhesiv	a (300	Fuerza adhesiva tras	
de prueba		mm/min) (N/cm)		climatizado (300 mm/min) (N/cm)	
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/	b) 2 semanas de
				85 % de humedad rel.	clima variable
1	vidrio	36 (50 % de K)	57 (K)	64 (K)	62 (K)
1	azulejo	39 (40 % de K)	54 (K)	64 (K)	63 (K)
	cerámico				
2	vidrio	41 (60 % de K)	56 (K)	63 (K)	61 (K)
2	azulejo	43 (60 % de K)	51 (K)	60 (K)	59 (K)
	cerámico	,	, ,	, ,	, ,

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva)

Ejemplo 5

5

10

15

Composición de la imprimación:

Materia prima / Componente	Porcentaje en
	masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 3 (34,9 por ciento en peso de proporción	10,5
de sólidos)	
GENIOSIL® GF 80	1,0
isopropanol	88,5

La imprimación se sometió a prueba en las siguientes combinaciones, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva de prueba	Sustrato	Fuerza adhesiva (300 mm/min) (N/cm)		Fuerza adhesiva tras almacenamiento climatizado (300 mm/min) (N/cm)	
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/ 85 % de humedad rel.	b) 2 semanas de clima variable
1	vidrio	47 (70 % de K)	55 (K)	63 (K)	62 (K)
1	azulejo cerámico	44 (60 % de K)	56 (K)	69 (K)	64 (K)
2	vidrio	40 (60 % de K)	60 (K)	60 (K)	67 (K)
2	azulejo cerámico	33 (40 % de K)	61 (K)	66 (K)	66 (K)

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva)

Para la introducción de las cargas mencionadas se preparó en algunos casos una solución de imprimación más concentrada, manteniéndose la relación de adhesivo sensible a la presión de imprimación con respecto a silano siempre constante. Además se usó en algunos casos una carga en combinación con Aerosil R202. Era siempre posible introducir las cargas mencionadas al menos en una concentración del 1,0 por ciento en masa y en algunos casos en concentraciones de hasta el 50 por ciento en masa en la imprimación, sin que se llegara a pérdidas con respecto a la acción adherente, refiriéndose estas indicaciones de concentración de la carga a la proporción de sólidos de la imprimación, o sea a la proporción sin disolvente. Una proporción de carga del 50 por ciento en masa con respecto a las proporciones libres de disolvente de la imprimación significa por consiguiente en los ejemplos una concentración del 4,66 por ciento en masa, con respecto a toda la composición de la imprimación, incluyendo todos los disolventes. La proporción de isopropanol se reduce a este respecto en la proporción de la carga.

20

Además era posible introducir blanqueadores ópticos fluorescentes en una concentración funcional, sin que se llegara a pérdidas en cuanto a la acción adherente. Esta concentración funcional se seleccionó con el 0,5 por ciento en masa, con respecto a la proporción libre de disolvente de la imprimación.

5 Ejemplo de comparación

Composición de la imprimación de comparación:

Materia prima / Componente	Porcentaje en
	masa
adhesivo sensible a la presión de imprimación 4 (34,9 por ciento en peso de proporción de sólidos)	10,5
GENIOSIL® GF 80	1,0
isopropanol	88,5

10 La imprimación se sometió a prueba en las siguientes combinaciones, obteniéndose los siguientes resultados:

Banda adhesiva de prueba	Sustrato	Fuerza adhesiva (300 mm/min) (N/cm)		Fuerza adhesiva tras almacenamiento climatizado (300 mm/min) (N/cm)	
		tras 1 hora	tras 3 d	a) 2 semanas a 85 °C/ 85 % de humedad rel.	b) 2 semanas de clima variable
1	vidrio	5 (A)	5 (A)	13 (10 % de K	2 (A)
1	azulejo cerámico	5 (A)	6 (A)	15 (10 % de K)	5 (A)
2	vidrio	5 (A)	10 (A)	12 (10 % de K)	13 (10 % de K)
2	azulejo cerámico	3 (A)	5 (A)	7 (A)	14 (10 % de K)

K = disociación cohesiva de la banda adhesiva (La indicación de porcentaje se refiere a la proporción cohesiva. La proporción no cohesiva es la proporción adhesiva)

A = desprendimiento adhesivo de la banda adhesiva de la imprimación o de la imprimación del sustrato

REIVINDICACIONES

- 1. Imprimación, que comprende una mezcla disuelta o dispersada en uno o varios disolventes de
- 5 un copolímero obtenido mediante copolimerización, preferentemente copolimerización por radicales, de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona y uno o varios de los siguientes monómeros:
 - a) un éster de ácido acrílico de un alcohol lineal, primario con 2 a 10 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol,
 - b) un éster de ácido acrílico de un alcohol ramificado, no cíclico con 4 a 12 átomos de carbono en el resto alquilo del alcohol,
 - c) ácido acrílico,

10

15

20

35

40

50

55

65

uno o varios silanos organofuncionales,

caracterizada por que uno de los monómeros, por los que está constituido el copolímero, es acrilato de butilo.

- 2. Imprimación de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada por que el copolímero es un adhesivo sensible a la presión.
- 3. Imprimación de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que el copolímero contiene adicionalmente hasta el 10 por ciento en masa de otros monómeros que pueden copolimerizarse, con respecto a la suma de los monómeros.
- 4. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el copolímero contiene como máximo el 50 por ciento en masa, preferentemente como máximo el 40 por ciento en masa de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero.
- 5. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el copolímero contiene al menos el 10 por ciento en masa, preferentemente al menos el 20 por ciento en masa de vinilcaprolactama y/o vinilpirrolidona, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero.
 - 6. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el copolímero contiene como máximo el 20 por ciento en masa, preferentemente como máximo el 10 por ciento en masa, de manera especialmente preferente el 0 por ciento en masa de ácido acrílico, con respecto a la suma de todos los monómeros del copolímero.
 - 7. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el silano organofuncional tiene una funcionalidad glicidoxi.
 - 8. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el silano organofuncional tiene una funcionalidad amino o una funcionalidad vinilo.
- 9. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que el disolvente es isopropanol u otro alcohol o contiene isopropanol u otro alcohol.
 - 10. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la concentración del copolímero de la mezcla disuelta o dispersada en el uno o en los varios disolventes es más alta que la del uno o de los varios silanos organofuncionales.
 - 11. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la concentración del copolímero de la mezcla disuelta o dispersada en el uno o en los varios disolventes asciende a entre el 1,0 por ciento en masa inclusive y el 30,0 por ciento en masa inclusive, preferentemente entre el 2,0 por ciento en masa inclusive y el 20,0 por ciento en masa inclusive, de manera especialmente preferente entre el 3,0 por ciento en masa inclusive y el 10,0 por ciento en masa inclusive.
 - 12. Imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por que la mezcla contiene adicionalmente uno o varios blanqueadores ópticos fluorescentes.
- 13. Uso de una imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores para la preparación de una capa adherente, preferentemente para la preparación de una capa adherente que contiene cargas funcionales.
 - 14. Procedimiento para la preparación de una capa adherente sobre un sustrato, que comprende la aplicación de una imprimación de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores sobre un sustrato y dejar evaporar el uno o los varios disolventes.