



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 746 163

51 Int. Cl.:

C08L 27/06 (2006.01)
C08K 5/544 (2006.01)
C08K 5/057 (2006.01)
C08K 5/098 (2006.01)
C08K 5/53 (2006.01)
C08J 5/10 (2006.01)
C08K 7/14 (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 05.12.2016 PCT/EP2016/079790

(87) Fecha y número de publicación internacional: 08.06.2017 WO17093571

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.12.2016 E 16808985 (2)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 04.09.2019 EP 3383948

(54) Título: Procedimiento de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC que presenta una adhesión a superficie mejorada

(30) Prioridad:

04.12.2015 FR 1561854

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 04.03.2020

73) Titular/es:

RESINOPLAST (100.0%) Chemin de Saint-Leonard, ZI Sud-Est 51100 Reims, FR

(72) Inventor/es:

SELLAK, RADOUANE; KHARIJ, SALOUA y DUPREZ, VIRGINIE, EVA, SEVERINE

Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

### **DESCRIPCIÓN**

Procedimiento de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC que presenta una adhesión a superficie mejorada

5

Este invento consiste en un procedimiento de aplicación de una composición de PVC (policloruro de vinilo) que presenta una adhesión mejorada sobre superficies inorgánicas. Este invento también consiste en una composición de PVC (policloruro de vinilo) que resulta particularmente autoadherente y que presenta una adhesión a superficie mejorada, especialmente cuando se trata de superficies de vidrio o metal, como el acero. Este invento se aplica, sobre todo, al sector automovilístico y, en particular, a la adhesión de uniones de PVC situadas alrededor de una ventanilla fija trasera de vidrio.

10

15

En el sector automovilístico, la técnica de encapsulamiento, sobre todo de ventanillas fijas traseras de cristal, consiste en inyectar un material termoplástico alrededor de un cristal. Generalmente, el encapsulamiento de cristales con materiales elastómeros termoplásticos (TPE), en particular el PVC, requiere un tratamiento que consiste en depositar manualmente una capa de activador, así como una capa de imprimación alrededor del cristal que se va a encapsular para garantizar la adhesión entre la superficie del vidrio y el material termoplástico. Después, el cristal que se ha sometido a este tratamiento se coloca en un molde para encapsularlo.

20

Gracias a la publicación WO9614985, se conoce el uso de una capa intermedia autoadherente sobre el vidrio que incluye una capa de soporte con un PVC plastificado y una capa adhesiva copolímera. Por lo tanto, es necesario añadir una capa intermedia de copolímeros para que la película de PVC se adhiera al vidrio. De hecho, el PVC por sí solo no posee propiedades adherentes. Sin embargo, la presencia de una capa intermedia no permite que se realice una adhesión de una calidad suficiente y el sistema que se obtiene (vidrio, capa intermedia/PVC) se puede desprender.

25

Gracias a las publicaciones GB2320503 y US4277538, también conocemos el uso de silano en la composición de PVC para que autoadherente con el cristal.

30

Los principales inconvenientes de los sistemas anteriormente mencionados afectan, en primer lugar, al campo de aplicación, ya que el procedimiento de uso está reservado exclusivamente al calandrado, mientras que esta tecnología abarca todo tipo de transformación, y principalmente a la inyección. Además, el grosor de la capa de PVC plastificado necesaria sique siendo débil y se sitúa entre los 0,1 µm y los 20 mm. Por lo tanto, no es posible aplicar las capas más gruesas de PVC y conservar las propiedades de adhesión al mismo tiempo.

35

Por consiguiente, resulta interesante conseguir un procedimiento mejorado de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC que presente propiedades de adhesión a superficie sobre una superficie inorgánica, al igual que obtener una composición de PVC con propiedades de adhesión a superficie.

El objetivo de este invento es el de presentar un procedimiento mejorado de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC con propiedades de adhesión a superficie.

40

Otro de sus objetivos es el de producir un aditivo que, al añadirlo a una composición de PVC, le aporte propiedades autoadherentes.

Por otro lado, este invento también tiene como objetivo presentar dicha composición de PVC autoadherente con propiedades de adhesión a superficie mejoradas en comparación con las tecnologías anteriores.

45

Asimismo, este invento pretende presentar dicha composición para que pueda utilizarse con un amplio espectro de espesores sin degradar la calidad de la adhesión.

50

Además, este invento tiene como objetivo presentar un procedimiento de preparación de esta composición.

El resto de objetivos aparecerán a continuación en el apartado de la descripción del invento.

Este invento cumple con los objetivos mencionados anteriormente. Esto consiste en un procedimiento de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC con una composición (C) que contiene lo siguiente:

55

un aminosilano que puede estar o no protegido; y

al menos, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio, un complejo de circonio o un compuesto isocianato que puede estar o no protegido;

60

dicho procedimiento, que está compuesto por una fase de activación de la superficie, para la que se puede elegir entre un tratamiento térmico, una etapa de microgranallado, una etapa de tratamiento con plasma, una limpieza con disolvente o una etapa de silicalización.

Este invento también consta de una composición (C) que contiene, al menos, un aminosilano y, al menos, un complejo de titanio o, al menos, un complejo de circonio.

La composición (C) puede también contener, al menos, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio.

Este invento describe, además, una composición (C') que contiene un aminosilano que puede estar o no protegido; y al menos, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio, un complejo de circonio o un compuesto isocianato que puede estar o no protegido.

Este invento se dirige en particular a las superficies inorgánicas en el sector automovilístico. Preferentemente, según el invento, la superficie es de vidrio, de metal o de cerámica, principalmente de vidrio o metal. La superficie de metal es, preferiblemente, una superficie de hierro, acero (principalmente acero inoxidable), aluminio, cobre, bronce, níquel, zinc, etc. En una de las modalidades de realización preferentes, la superficie inorgánica es una superficie de vidrio. En otra modalidad de realización preferente, la superficie inorgánica es una superficie de acero inoxidable o de aluminio.

De acuerdo con el invento, la composición (C) contiene un aminosilano que puede estar o no protegido y, al menos, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio, un complejo de circonio o un compuesto de isocianato que puede estar o no protegido.

Preferiblemente, en el ámbito del presente invento, el aminosilano se elige de entre los silanos que se han convertido en funcionales mediante una agrupación química aminada, ya sean solos o en mezcla. Preferiblemente, el aminosilano se elige de entre los aminosilanos con una función amina primaria o secundaria, principalmente una función amina primaria. La función amina puede estar protegida por cualquier función que conozcan los profesionales de este campo para proteger las aminas, principalmente por cualquier función protectora conocida por la persona experta o para proteger la función amina y liberarla a altas temperaturas, especialmente a una temperatura de entre 100 y 250 °C, preferiblemente entre 150 y 210 °C. Preferentemente, la función protectora de la función amina es una función alcoxicarbonilo, donde el alquilo se encuentra entre C1 y C10, lineal o ramificado, y donde la función protectora preferente es el terc-butoxicarbonilo.

Convenientemente, la protección de la función amina permite proteger el aminosilano mientras se aplica la composición de PVC a altas temperaturas, principalmente a entre 150 y 220 °C, preferiblemente entre 170 y 200 °C. A estas temperaturas, la función amina se libera y puede reaccionar con el PVC. La presencia de la función protectora permite también aumentar la concentración de aminosilano en la composición (C) del invento o en la composición de PVC y permite favorablemente mejorar las propiedades autoadherentes de la composición de PVC obtenida. Además, la presencia de la función protectora de la función amina permite mejorar la estabilidad durante el almacenamiento de la composición de PVC antes de que esta se utilice.

El aminosilano del invento puede ser, principalmente, un compuesto de la fórmula (I) (RO)<sub>3</sub>Si-L¹-R¹ (I)

en la que:

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

R, todos idénticos o diferentes, representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono, por ejemplo, el metilo o etilo;

L¹ representa Alk, Alk-NR²-Alk o Alk-NR²-Alk, Alk, idénticos o diferentes, siendo una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 10 o de 1 a 5 átomos de carbono; R¹ representa NHR² o Si(OR)<sub>3</sub>;

R<sup>2</sup>, idénticos o diferentes, representa un átomo de hidrógeno o un grupo carbonilo-alquilo; el alquilo, lineal o ramificado, contiene de 1 a 10 átomos de carbono, preferentemente C(O)-tBu.

Preferentemente, el aminosilano se elige de entre los siguientes componentes, solos o en mezcla:

Si(OR)
$$_3$$
 NHR $_2$ 
Si(OR) $_3$  NR $_2$  NHR $_2$ 
Si(OR) $_3$  NR $_2$  NR $_2$  NHR $_2$ 
Si(OR) $_3$  NR $_4$  Si(OR) $_3$ 

entre los cuales

R, todos idénticos o diferentes, representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono, por ejemplo, el metilo o etilo; R², idénticos o diferentes, representa un átomo de hidrógeno o un grupo carbonilo-alquilo; el alquilo, lineal o ramificado, contiene de 1 a 10 átomos de carbono, preferentemente C(O)-tBu.

Preferentemente, el aminosilano se elige de entre el 3-aminopropiltrietoxisilano y el 3-trimetoxisililpropildietilentriamina, solos o en mezcla. El aminosilano, en particular, y principalmente los ejemplos que se muestran aquí, están protegidos por un grupo funcional terc-butoxicarbonilo.

Preferentemente, en el ámbito de este invento, los complejos de titanio o los complejos de circonio se pueden utilizar solos o en mezcla.

Los complejos de titanio se eligen, preferentemente, de entre los complejos de la fórmula (R³O-)<sub>n</sub>Ti(O-X-R⁴-Y)<sub>4</sub>-n, donde:

R³ representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que comprende de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono;

R<sup>4</sup> representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono, eventualmente sustituido por uno o varios =O;

X representa un grupo C=O o P=O;

Y representa una función amina (NH<sub>2</sub>) o bien una cadena alquílica lineal o ramificada que contiene de 1 a 5 átomos de carbono, preferentemente CH<sub>3</sub>, eventualmente sustituida por uno o varios =O;

n representa un número entero comprendido entre el 0 y el 4, preferentemente el 1, 2 o 3.

15

20

25

30

35

45

50

10

5

El complejo de titanio se elige preferiblemente entre el tetra-n-butil titanato y el Bis[2-[(2-aminoetil)amino]etanolato][2-[(2-aminoetil)amino]etanolato-O](propan-2-olato)titanato, solos o en mezcla.

Preferiblemente, los complejos de circonio se eligen de entre los complejos de la fórmula  $(R^3O-)_nZr(O-X-R^4-Y)_{4-n}$ , en la que:

R<sup>3</sup> representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que comprende de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono;

R<sup>4</sup> representa una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono; eventualmente sustituida por uno o varios =0.

X representa un grupo C=O o P=O;

Y representa una función amina (NH<sub>2</sub>) o bien una cadena alquílica lineal o ramificada que contiene de 1 a 5 átomos de carbono, preferentemente CH<sub>3</sub>, eventualmente sustituida por uno o varios =O;

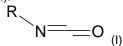
n representa un número entero comprendido entre el 0 y el 4, preferentemente el 1, 2 o 3.

Preferiblemente, en el ámbito de este invento, el isocianato se elige de entre los isocianatos monofuncionales, difuncionales y polifuncionales. En particular, el isocianato puede elegirse entre los isocianatos alifáticos, aromáticos y alicíclicos, y los poliisocianatos.

Preferentemente en el ámbito de este invento, el isocianato se puede elegir de entre los siguientes:

- los poliisocianatos derivados de isocianatos monómeros como el diisocianato de hexametileno (HDI), el diisocianato de tolueno, el diisocianato de isoforona (IPDI), el diisocianato de difenilmetano (MDI) o el diisocianato de difenilmetano polimérico (PMDI);

los compuestos de la fórmula (I):



40 con R se representa lo siguiente:

- o una cadena alquílica, lineal o ramificada, que contiene de 1 a 15 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 5 átomos de carbono;
- un grupo arilo que contiene entre 6 y 15 átomos de carbono, preferentemente entre 6 y 10 átomos de carbono;
- o un grupo cicloalquilo que contiene entre 3 y 15 átomos de carbono, preferentemente entre 3 y 10 átomos de carbono; o

el grupo R, que puede contener entre 1 y 10, preferentemente entre 1 y 5 heteroátomos elegidos de entre N, O o S, o que puede sustituirse por un grupo funcional elegido de entre un grupo hidroxilo, isocianato, alofanato o amino.

- los compuestos de la fórmula (II)

OCN—
$$(CH_2)$$
 $O = C$ 
 $O = C$ 

- con n, m y p, idénticos o diferentes, de números enteros de entre 1 y 10.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

Preferiblemente, según el invento, el isocianato se elige de entre los poliisocianatos derivados de isocianatos monómeros como el diisocianato de hexametileno (HDI), el diisocianato de tolueno, el diisocianato de isoforona (IPDI), el diisocianato de difenilmetano (MDI) o el diisocianato de difenilmetano polimérico (PMDI). Este se elige, preferiblemente, de entre los compuestos Desmodur® comercializados por Covestro, en particular aquellos con base de HDI. Preferiblemente, el isocianato incluido en la composición (C) es el Desmodur® BL 3272 MPA.

De acuerdo con el invento, preferentemente, la función isocianato del isocianato puede estar protegida por cualquier función que conozcan los profesionales de este campo para proteger los isocianatos, principalmente por cualquier función protectora conocida por los profesionales de este campo para proteger la función isocianato y liberarla a altas temperaturas, especialmente a una temperatura de entre 100 y 250 °C, preferiblemente entre 150 y 210 °C. Preferiblemente, la función protectora de la función isocianato se elige de entre las funciones imina, alcohol, cetoximas, amidas y tiol. La función protectora de la función isocianato es, preferentemente, una función imina. Preferiblemente, cuando la función protectora se elige de entre las iminas, esta se elige de entre el 2-oxohexametilenoimina y la succinimida. Preferiblemente, cuando la función protectora se elige de entre los alcoholes, esta se elige de entre el 2-trifluoroetanol, el 2-tricloroetanol, el n-butanol, el 2,6-dimetilfenol o el cardanol. Preferiblemente, cuando la función protectora es una cetoxima, esta se elige de entre la metiletilcetoxima y la diisopropilcetoxima. Preferiblemente, cuando la función protectora es un tiol, esta es un hexanotiol. Preferiblemente, cuando la función protectora es una amida, esta es la caprolactama. Preferiblemente, la función protectora es 2-oxohexametilenoimina.

Favorablemente, la protección de la función isocianato permite proteger el isocianato mientras se aplica la composición de PVC a temperaturas principalmente de entre 100 y 200 °C, preferiblemente de entre 140 y 180 °C. A estas temperaturas, la función isocianato se libera y puede reaccionar con el PVC. La presencia de la función protectora permite también aumentar la concentración de isocianato en la composición (C) del invento o en la composición de PVC, y permite favorablemente mejorar las propiedades autoadherentes de la composición de PVC obtenida.

Favorablemente, si la composición de PVC autoadherente contiene un aminosilano o un isocianato protegido, la estabilidad de la composición durante su almacenamiento antes de aplicarla sobre la superficie mejora en comparación con la de una composición de PVC que contenga aminosilanos o isocianatos no protegidos.

Según este invento, los grupos alquilos representan radicales hidrocarbonados saturados, en cadena recta o ramificada, con entre 1 y 15 átomos de carbono, preferentemente entre 1 y 10 o entre 1 y 5 átomos de carbono.

Cuando estos son lineales, podemos nombrar los grupos metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, octilo, nonilo, decilo, dodecilo, hexadecilo y octadecilo.

Cuando estos son ramificados o sustituidos por uno o varios grupos alquilos, podemos nombrar, principalmente, los grupos isopropilo, terc-butil, 2-etilhexilo, 2-metilbutilo, 2-metilpentilo, 1-metilpentilo y 3-metilheptilo.

El radical cicloalquilo es un radical hidrocarbonado monocíclico, bicíclico o tricíclico saturado o parcialmente insaturado, no aromático, de 3 a 15 átomos de carbono, preferentemente de 3 a 10 átomos de carbono, como, por ejemplo, el ciclopropilo, el ciclopentilo, el ciclo hexilo o adamantilo, así como los ciclos correspondientes que contengan una o muchas insaturaciones.

El arilo diseña un sistema aromático hidrocarbonado, monocíclico o bicíclico de 6 a 15 átomos de carbono, preferentemente de 6 a 10. Entre los radicales arilo, podemos nombrar, principalmente, el radical fenilo o naftil, más en particular, sustituido por, al menos, un átomo halógeno.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente; y
- un isocianato que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de titanio, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de circonio, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente:
- un complejo de titanio, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de circonio, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente;
- un isocianato que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de titanio, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente;
- un isocianato que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de circonio, tal y como se define anteriormente.

Preferiblemente, según el invento, la composición (C) contiene:

- un aminosilano que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente;
- un isocianato que puede estar o no protegido, tal y como se define anteriormente:
- un complejo de titanio, tal y como se define anteriormente; y
- un complejo de circonio, tal y como se define anteriormente.

Según la naturaleza de la superficie inorgánica de la composición (C), la aplicación puede variar.

Preferiblemente, cuando la superficie es vidrio, la composición (C) contiene un aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio. Favorablemente, cuando la superficie es vidrio, la composición (C) contiene un aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano no protegido y un complejo de titanio.

Preferiblemente, cuando la superficie es metal, la composición (C) contiene un aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio. Preferiblemente, cuando la superficie es metal, la composición (C) contiene un aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio.

La composición (C) del presente invento contiene, preferentemente, entre el 86 y el 90 %, o entre el 83 y el 87 % de su peso en aminosilanos.

La composición (C) del presente invento contiene, preferentemente, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio, un complejo de circonio y un isocianato que puede estar o no protegido que conforma entre el 10 y el 14 % de su peso, preferentemente entre el 13 y el 17 % de su peso. Preferiblemente, cuando la composición (C) del presente invento contiene un isocianato que puede estar o no protegido, este está presente en cantidades que oscilan entre el 10 y el 13 % del peso.

Cuando la composición (C) contiene un aminosilano y un complejo de titanio o circonio, la composición (C) del presente invento contiene, preferentemente, del 86 al 90 % de su peso en aminosilanos, preferiblemente del 83 al 87 %, y preferentemente del 10 al 14 % de su peso en complejo de titanio o complejo de circonio, preferiblemente del 13 al 17 % de su peso.

Preferiblemente, el presente invento consiste en una composición (C) constituida de, al menos, un aminosilano y de, al menos, un complejo de titanio o de circonio.

Preferiblemente, la composición (C) consta de, al menos, un aminosilano y de, al menos, un complejo de titanio.

6

10

15

5

20

25

30

35

45

40

50

55

60

La composición (C), según el presente invento, puede además contener compuestos que aporten funciones de adhesión a superficie, como, por ejemplo, un terpolímero de etileno, acrilato de metilo y metacrilato de glicidilo (Lotader AX8900, proveedor Arkema), de productos que contienen funciones químicas isocianatos.

En el ámbito del presente invento, con «composición de PVC» nos referimos al hecho de diseñar una composición con resina de PVC. Se puede utilizar todo tipo de resina de PVC, sobre todo resinas de PVC en suspensión o emulsión.

La composición de PVC, de acuerdo con el invento, es una composición (C) tal y como aparece definida anterior mente.

Los inventores han demostrado sorprendentemente que la composición (C) de acuerdo con el invento se puede añadir a la composición de PVC preferentemente en una cantidad menor al 35 % de la masa en comparación con la masa de la resina de PVC, preferiblemente entre el 5 y el 25 % en masa, en especial entre el 7 y 20 %, por ejemplo, el 10 % en masa. Estas proporciones permiten favorablemente un compromiso entre conservación de la estabilidad, sobre todo térmica, del PVC y el aporte de buenas propiedades adhesivas al PVC.

Favorablemente, la adición de la composición (C) de acuerdo con el invento a una composición de PVC permite aportar propiedades adherentes a dicha composición de PVC. El presente invento permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 20 N. Preferentemente, esta tecnología permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 40 N.

El presente invento consiste también en un procedimiento para aportar propiedades autoadherentes a una composición de PVC con la adición de una composición (C) de acuerdo con el invento a dicha composición de PVC. Se trata de propiedades autoadherentes en contacto con superficies como el vidrio o el acero, principalmente.

Preferiblemente, la composición (C) se añade a dicha composición de PVC utilizando menos del 30 % de la masa en comparación con la masa de la resina de PVC, preferiblemente entre el 1 y el 25 % en masa, en especial entre el 7 y 20 %, por ejemplo, el 10 % en masa.

Favorablemente, la adición de la composición (C) de acuerdo con el invento a una composición de PVC permite aportar propiedades adherentes a dicha composición de PVC. Estas son propiedades de adhesión a superficie, en especial, de vidrio o acero. El presente invento permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 20 N. Preferentemente, esta tecnología permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 40 N.

Por «activación de la superficie» en el invento nos referimos a una etapa que se lleva a cabo antes de aplicar la composición de PVC sobre la superficie inorgánica y que otorga a dicha superficie unas características que permiten a la composición de PVC disponer de una adhesión mejorada.

Esta etapa de activación se lleva a cabo para que dicha superficie se adapte a la aplicación de una composición de PVC y presente características mejoradas de agarre, de mojabilidad, de temperatura, de superficie de contacto y de rapidez de adhesión.

Preferentemente, la etapa de activación de superficies se elige de entre un tratamiento térmico, un microgranallado, una limpieza con disolvente, una silicalización o un tratamiento con plasma.

Por «tratamiento térmico» en el invento nos referimos al tratamiento de la superficie por acción del calor para modificar las propiedades físicas y, eventualmente, químicas de dicha superficie. Se puede aportar el calor por inducción, por conducción (placas calefactoras) o por convección (horno). El tratamiento térmico consiste en calentar la superficie a una temperatura que oscila entre los 50 °C y los 500 °C, preferentemente entre los 200 °C y los 400 °C, por ejemplo, 350 °C. Preferentemente, el tratamiento térmico es un calentamiento radiante, es decir, un calentamiento de la superficie a través de la radiación infrarroja hasta llegar a una temperatura que oscila entre los 50 °C y los 500 °C, preferiblemente entre los 200 y los 400 °C, por ejemplo, 350 °C. Preferentemente, cuando la fase de activación se produce mediante calefacción radiante, la duración de exposición se sitúa entre los 10 segundos y los 10 minutos, preferiblemente entre 30 y 60 segundos. Por ejemplo, la duración de la exposición puede ser de 40 segundos.

Por «microgranallado» en el invento nos referimos a un procedimiento de tratamiento de superficie por impacto que consiste en proyectar microgranos sobre una superficie con el objetivo de eliminar el óxido sin dañarla o crear rugosidades en la superficie. De manera general, los microgranos son de vidrio y se caracterizan por tener una dimensión específica que oscila entre las 10 y 20 micras.

Por «tratamiento de plasma» en el invento nos referimos a un tratamiento de superficie con ayuda de una antorcha de plasma en presencia de un gas vector como el dinitrógeno. Este tratamiento de superficie permite disminuir la rugosidad de la superficie que se someta a este tratamiento. También permite activar la superficie aumentando la mojabilidad y aportando funcionalidad a esta (con el aporte de radicales libres).

7

25

20

5

10

15

30

35

40

45

50

55

60

Por «limpieza con disolvente» nos referimos en el invento al tratamiento de la superficie con cualquier tipo de disolvente conocido por la persona experta. En particular, el disolvente puede ser cualquiera de las cetonas; por ejemplo, metiletilcetona, acetona o, entre los alcoholes, el etanol, preferentemente. Preferentemente, el disolvente es el metiletilcetona. Esta limpieza con disolvente se lleva a cabo a temperatura ambiente, preferentemente a una temperatura que oscile entre los 15 °C y los 25 °C. La cantidad de disolvente necesaria la determina la persona encargada.

Por «silicalización» nos referimos a un método que permite depositar un revestimiento SiO<sub>2</sub> sobre la superficie inorgánica, en particular sobre el metal, para favorecer la adhesión de la composición de PVC, que contiene compuestos aminosilano, isocianato o complejo de titanio o circonio sobre dicha superficie.

10

5

Favorablemente y de acuerdo con el invento, muchas de estas etapas se pueden combinar. Preferentemente, la etapa de limpieza con disolvente debe ir seguida de una activación mediante tratamiento térmico o con plasma.

15

Favorablemente, la etapa de activación de superficie es un método adecuado que permite reducir el tiempo de ciclo. Por «tiempo de ciclo» en el invento nos referimos al tiempo necesario para que la composición de PVC con la composición (C) se adhiera a la superficie. Preferentemente, la fase de activación es un método adecuado que permite favorecer la adhesión de la composición de PVC sobre la superficie sin necesidad de usar una imprimación o un adhesivo con un tiempo de ciclo aceptable. Preferentemente, esta etapa de activación permite evitar tener que recurrir a un tratamiento secundario como la eliminación de manchas o una aplicación de presión.

20

Según la superficie y la composición (C) de acuerdo con el invento, la etapa de activación puede variar.

25

Preferentemente, cuando la superficie es de vidrio, la fase de activación puede ser el tratamiento térmico, la limpieza con disolvente o el tratamiento con plasma. Favorablemente, cuando la superficie es de vidrio, la etapa de activación puede contar con una fase de limpieza con disolvente seguida de un tratamiento térmico o de un tratamiento con plasma.

30

Preferentemente, cuando la superficie es de metal, la etapa de activación de superficie puede ser una limpieza con disolvente, el tratamiento térmico, el microgranallado, el tratamiento con plasma o la silicalización. Favorablemente, cuando la superficie es de metal, la etapa de activación puede comprender una etapa de limpieza con disolvente seguida de un tratamiento térmico o de un tratamiento con plasma. Favorablemente, cuando la superficie es de metal, la etapa de activación de superficie es un microgranallado.

35

Preferiblemente, y de acuerdo con el invento, cuando la superficie es de vidrio, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio. Preferiblemente, cuando la superficie es de vidrio, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene un aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano no protegido y un complejo de titanio.

40

Preferiblemente, y de acuerdo con el invento, cuando la superficie es de metal, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene un aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio. Preferiblemente, cuando la superficie es de metal, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene un aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio.

45

De acuerdo con el invento, la aplicación de la composición de PVC sobre la superficie inorgánica se lleva a cabo tras la etapa de tratamiento de superficie por moldeo mediante inyección, por extrusión, por moldeo mediante rotación o por moldeo mediante compresión, preferentemente por extrusión.

50

Por «moldeo mediante inyección» en el invento nos referimos a un procedimiento de transformación de una composición de PVC que cuenta con las siguientes fases:

55

 calentamiento de la composición a una temperatura que oscile entre los 140 °C y los 230 °C, preferentemente entre los 160 °C y los 190 °C,

- inyección de la composición de PVC en forma líquida en un molde,

- enfriamiento del molde y de la composición hasta una temperatura inferior a la temperatura de fusión de la composición de PVC,
- desmoldado.

60

Por «extrusión» en el invento nos referimos a un procedimiento de transformación de una composición de PVC que cuenta con las siguientes fases:

- de manera eventual, calentamiento de la composición a una temperatura que oscile entre los 20 °C y los 400 °C, preferentemente entre los 100 °C y los 300 °C, sobre todo entre los 150 °C y los 250 °C,
- compresión de la composición calentada a través de una terraja que tenga la sección de la pieza que se desea obtener,

enfriamiento de la pieza.

Por «moldeo mediante rotación» en el invento nos referimos a un procedimiento de aplicación que consiste en transformar la composición de PVC con el aporte de calor y el efecto de la rotación, y cuenta con las siguientes fases:

- relleno de un molde con la composición de PVC, eventualmente con la forma de una mezcla de polvos o en forma líquida,
- rotación del molde, con la mayor frecuencia, y según dos ejes perpendiculares,
- calentamiento del molde a una temperatura que oscile entre los 200 °C y los 500 °C, preferentemente entre los 300 °C y los 400 °C, sobre todo entre los 350 °C y los 400 °C,
- enfriamiento del molde y de la composición hasta una temperatura inferior a la temperatura de fusión de la composición de PVC.
- desmoldado.

Por «moldeo mediante compresión» en el invento nos referimos a la aplicación de una composición de PVC que se presenta en forma de polvo, de gránulos, de semisólido o de preformas sobre una superficie. Durante el moldeo mediante compresión, el molde en el cual se introducen las materias primas se calienta a una temperatura que oscila entre los 50 y los 100 °C antes de cerrarse y prensarse. Esta presión oscila entre los 50 y los 300 bares para obligar al material a llenar el molde, mientras que el exceso de material se evacúa por canales fabricados para tal uso, antes de que el molde se vuelva a enfriar y se abra para recuperar el objeto moldeado.

Preferiblemente, y de acuerdo con el invento, cuando la superficie es de vidrio, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio, mientras que la aplicación de la composición de PVC se realiza por extrusión. Preferiblemente, cuando la superficie es de vidrio, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano no protegido y un complejo de titanio, mientras que la aplicación de la composición de PVC se realiza por extrusión.

Preferiblemente, y de acuerdo con el invento, cuando la superficie es de metal, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene un aminosilano que puede estar o no protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio, mientras que la aplicación de la composición de PVC se realiza por extrusión. Preferiblemente, cuando la superficie es de metal, el tratamiento de activación de superficie es un tratamiento térmico y la composición (C) contiene aminosilano protegido y un isocianato protegido, o un aminosilano que puede estar o no protegido y un complejo de titanio, mientras que la aplicación de la composición de PVC se realiza por extrusión.

El presente invento contiene, además, una composición de PVC autoadherente con PVC y una composición (C) de acuerdo con el invento.

Favorablemente, la composición (C) de acuerdo con el invento debe ser compatible o miscible, o estar homogeneizada con la composición de PVC. De manera particularmente favorable, la composición (C) de acuerdo con el invento debe ser soluble en la composición de PVC y debe poder difundirse desde la composición de PVC hasta la superficie de la interfaz con el PVC durante el proceso de aplicación para poder adherirse por reacción química con el PVC y la superficie sobre la que el PVC debe adherirse.

Los inventores han demostrado sorprendentemente que la composición (C) de acuerdo con el invento se puede añadir a la composición de PVC preferentemente en una cantidad menor al 35 % de la masa en comparación con la masa de la resina de PVC, preferiblemente entre el 5 y el 25 % en masa, y en especial entre el 7 y 20 %, por ejemplo, el 10 % en masa. Estas proporciones permiten favorablemente un compromiso entre conservación de la estabilidad, sobre todo térmica, del PVC y el aporte de buenas propiedades adhesivas al PVC.

La composición de PVC del presente invento puede comprender además de, al menos, un plastificante, que pueden ser los ftalatos, los trimelitatos, los tereftalatos, los citratos, los plastificantes poliméricos de tipo poliadipato o el poliéster de tipo sebacato.

Preferentemente, el plastificante se usa en la composición de PVC del invento a razón de 1 entre 70 % en masa en comparación con la masa del PVC, preferiblemente de 20 a 40 % en masa.

Favorablemente, la composición (C) del invento es miscible y compatible, o está homogeneizada en el plastificante o la mezcla de plastificantes que se aplica. Favorablemente, la composición (C) del invento es soluble en el plastificante o la mezcla de plastificantes que se aplica.

La composición de PVC d acuerdo con el presente invento puede, además, incluir aditivos usuales, entre los cuales podemos mencionar los estabilizantes, por ejemplo, el Ca/Zn, y los coestabilizantes como, por ejemplo, los fosfitos y los antioxidantes.

9

5

10

15

25

20

30

35

40

45

50

\_

55

60

Preferentemente, estos aditivos están presentes en la composición de PVC del invento a razón de 1 entre 30 % en masa en comparación con la masa de PVC, preferiblemente de 7 entre 20 % en masa.

La composición de PVC del invento presenta, de manera favorable, propiedades de adhesión a superficie, sobre todo en superficies de vidrio o de acero, principalmente en las superficies de vidrio.

Las fuerzas de adhesión del PVC flexible sobre las superficies de vidrio se han medido con pruebas de adhesión. El presente invento permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 20 N. Preferentemente, esta tecnología permite obtener fuerzas de adhesión superiores a 40 N.

10

5

Una ruptura cohesiva actúa en el material en sí mismo, al contrario que en el caso de una ruptura adhesiva, que actúa en la interfaz de dos materiales ensamblados.

15

En el ámbito del presente invento, una ruptura es cohesiva cuando la fuerza de adhesión es superior a 40 N sobre una superficie de vidrio o de metal.

10

El invento también consiste en el uso de la composición (C) de acuerdo con el invento en una composición de PVC para aportar a dicha composición de PVC propiedades de adhesión a superficie, sobre todo las superficies de vidrio o de acer

20

El presente invento también consiste en un procedimiento de preparación de la composición (C) que cuenta con la mezcla de, al menos, un aminosilano, que puede estar o no protegido, con, al menos, un compuesto, que puede ser un isocianato, que puede estar o no protegido, un complejo de titanio o, al menos, un complejo de circonio.

25

El presente invento también consiste en un procedimiento de preparación de la composición (C) que cuenta con la mezcla de, al menos, un aminosilano, con, al menos, un complejo de titanio o, al menos, un complejo de circonio.

El presente invento también consiste en un procedimiento de preparación de la composición de PVC definida anteriormente que cuenta con la mezcla de la composición (C) del invento con la resina de PVC y el resto de otros posibles componentes de la composición (plastificantes, aditivos, etc.).

30

Preferentemente, la composición de PVC del invento también cuenta con, al menos, un plastificante. En este método de realización, el procedimiento de preparación de la composición de PVC cuenta con una primera etapa de mezcla de la composición (C) de acuerdo con el invento con el o los plastificante(s) y, después, la adición de la mezcla obtenida con la resina de PVC y los posibles aditivos.

35

En otro método de realización, la composición (C) de acuerdo con el invento se puede añadir en el momento del mezclado.

40

El presente invento también consiste en el uso de la composición de PVC de acuerdo con el invento para el encapsulamiento de un panel de vidrio, en especial, el encapsulamiento de un panel de vidrio en el sector automovilístico, para la preparación de un producto de PVC reforzado; por ejemplo, el PVC reforzado por fibras de vidrio. La presencia de la composición (C) de acuerdo con el invento permite mejorar la adhesión del PVC a las fibras de vidrio. El presente invento está adaptado en particular para el encapsulamiento de una ventanilla fija trasera de vidrio en una composición de PVC. El presente invento también consiste en las uniones que contiene la composición de PVC de acuerdo con el invento, especialmente las uniones para el encapsulamiento del panel de vidrio.

45

De manera favorable, la presencia, en la composición de PVC, de la composición (C) de acuerdo con el invento, permite la adhesión directa sin necesidad de añadir una capa intermedia de adhesión entre el PVC y la superficie a la que este se debe adherir.

50

De manera favorable, el encapsulamiento del panel de vidrio en la composición de PVC del presente invento se puede hacer de una manera diferente y, principalmente, mediante inyección de una unión alrededor de su soporte.

55

De manera favorable, es posible aplicar una cantidad importante de la composición de PVC del invento alrededor de los paneles de vidrio manteniendo las buenas propiedades de adhesión. Asimismo, es posible prever capas de la composición del invento en torno a entre 0,1 µm y 30 mm alrededor de los paneles de vidrio.

60

El presente invento también consiste en el uso de la composición de PVC de acuerdo con el presente invento para todos los objetos que necesiten una adhesión entre el PVC y el acero galvanizado y el acero inoxidable; por ejemplo, como unión para las barras del techo de los vehículos.

65

El presente invento también versa sobre paneles de vidrio encapsulados en una composición de PVC de acuerdo con el presente invento, preferentemente las ventanillas fijas traseras de vidrio encapsuladas en una composición de PVC de acuerdo con el presente invento. El panel de vidrio encapsulado cuenta con un panel de vidrio rodeado de la composición de PVC de acuerdo con el invento. Preferentemente, es posible aplicar una cantidad importante de la

composición de PVC del invento alrededor de los paneles de vidrio manteniendo las buenas propiedades de adhesión. Asimismo, es posible prever capas de la composición del invento en torno a entre 0,1 µm y 30 mm alrededor de los paneles de vidrio.

5 De manera particularmente favorable, los paneles de vidrio encapsulados no incluyen una capa intermedia que permita la adhesión entre la composición de PVC de acuerdo con el invento y el panel de vidrio.

De manera particularmente favorable, la composición de PVC del presente invento puede aplicarse con todos los medios de transformación, en especial mediante inyección, extrusión o prensado.

A continuación, vamos a describir el presente invento con ayuda de ejemplos descriptivos no limitativos.

#### Descripción de la prueba de adhesión (medición de la adhesión sobre una superficie)

15 La prueba de adhesión consiste en medir la fuerza (N) necesaria para la disociación de la capa de PVC, en comparación con la necesaria para la disociación de una superficie de soporte (placa de vidrio o metal, preferentemente acero).

La composición de PVC se deposita sobre una superficie (placa de vidrio o metal, preferentemente acero) de 50 x 10 cm. El ensamblaje se introduce en un horno de gradiente que se calienta hasta una temperatura de 200 °C para volver a moldear la superficie (placa de vidrio o metal, preferentemente acero) con el material de PVC.

La prueba de adhesión se realiza con un dispositivo de la empresa LLOYD Instrument de la sociedad Ametek Company. La muestra obtenida se coloca en un aparato de tracción mientras que la superficie permanece inmóvil.

Las condiciones de la prueba son las siguientes:

Velocidad de cruceta: 100 mm/mi Límite de la cruceta: 80 mm

Cuando la fuerza de adhesión es superior a 40 N, la ruptura es cohesiva y eso se traduce en una adhesión excelente de la composición sobre la sustancia.

# Ejemplo comparativo 1

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65), de la que un 30 % de su masa la conforma un plastificante trimelitato T8 comercializado por ADK Palmarole; un 1,5 % de su masa la conforma un estabilizante (Ca/Zn); un 0,5 % de su masa la conforma un coestabilizante (antioxidante tipo fosfito ADK STAB 1500, comercializado por Adeka Palmarole), y un 2 % de tetrabutil titanato.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

Esta composición no presenta adhesión sobre una superficie de vidrio.

#### Ejemplo comparativo 2

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65), con un plastificante trimelitato T8 comercializado por ADK Palmarole que conforma el 30 % de su masa, un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %; un coestabilizante (antioxidante tipo fosfito ADK STAB 1500, comercializado por Adeka Palmarole), que conforma el 0.5 %: y un aditivo, el 3-(aminopropil)trietoxisilano, que conforma el 2 %.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión muestra que la adhesión es inferior a 20 N (ruptura adhesiva) sobre la superficie de vidrio.

11

10

20

25

30

35

40

45

50

55

60

#### Ejemplo 1: composición de PVC de acuerdo con el invento

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 29 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano, con un 2,9 %; y el Bis[2-[(2-aminoetil)amino]etanolato][2-[(2-aminoetil)amino]etanolato-O](propan-2-olato)titanato, que conforma el 1,5 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno 10 a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 40 N sobre la superficie de vidrio. La estabilidad térmica del material (medida a 200 °C) es de 30 minutos.

#### Ejemplo 2: composición de PVC de acuerdo con el invento

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 29 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por una función terc-butoxicarbonilo , con un 2,9 %; y el Bis[2-[(2aminoetil)amino]etanolato][2-[(2-aminoetil)amino]etanolato-O](propan-2-olato)titanato, que conforma el 1,5 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 40 N sobre la superficie de vidrio. La estabilidad térmica del material medida (a 200 °C) es de 106 minutos.

#### Ejemplo 3: composición de PVC de acuerdo con el invento

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 26 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano, con un 10 %; y el tetrabutil titanato, que conforma el 1,3 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 40 N sobre la superficie de vidrio.

### Ejemplo 4: composición de PVC de acuerdo con el invento

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 70) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 27 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por una función terc-butoxicarbonilo , con un 5,3 %; y el Bis[2-[(2aminoetil)amino]etanolato][2-[(2-aminoetil)amino]etanolato-O](propan-2-olato)titanato, que conforma el 1,4 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

12

50

5

15

20

25

30

35

40

45

55

60

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 40 N sobre la superficie de vidrio.

#### Ejemplo 5: composición de PVC de acuerdo con el invento

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene el T8-10, que conforma el 29 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(trimetoxisililpropil)dietilentriamina, protegida por una función terc-butoxicarbonilo, con un 2,9 %; y el tetrabutil titanato, que conforma el 1 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno 15 a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

20

30

35

40

45

50

65

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 40 N sobre la superficie de vidrio.

#### 25 <u>Ejemplo 6: composición de PVC de acuerdo con el invento</u>

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene el T8-10, que conforma el 29 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(trimetoxisililpropil)dietilentriamina, con un 5,8 %; y el tetrabutil titanato, que conforma el 1,4 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a 200 °C.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 20 N sobre la superficie de vidrio y es más débil que la del material del ejemplo 4.

#### Ejemplo comparativo 3:

Se ha preparado una composición de PVC con una base de PVC (Kw 80) de la que el 42 % de su masa es un plastificante DINP, el 1,7 % de su masa es un estabilizante (Ca/Zn), el 0,5 % de su masa es un coestabilizante (aceite de soja epoxidado), y un 9 % de su masa en carga (CaCO3).

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla a 200 °C en un horno.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión para este material es de 55 alrededor de 2 N sobre la superficie de acero.

#### Ejemplo 8 de acuerdo con el invento:

Se ha preparado un material de PVC en las mismas condiciones que se preparó el material del ejemplo 6, pero se ha añadido el 3-(trimetoxysililpropil)dietilentriamina con una cantidad de 1,2 % de su masa, y tetrabutil titanato, con un 0,7 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de acero inoxidable a temperatura ambiente antes de calentarla a 200 °C en un horno.

La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

La composición de i

- temperatura en la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperaturas de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

5 La fuerza de adhesión resultante de la puesta en marcha de la prueba de adhesión es superior a 55,6 N sobre la superficie de acero.

#### Ejemplo 9 de acuerdo con el invento:

10 Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 26 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por carbamatos de terc-butilo, con un 10 %; y el poliisocianato comercial Desmodur BL 3272 MPA, que conforma el 1,3 % de su masa.

15 Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla mediante radiación infrarroja a una temperatura de 300 °C durante 30 segundos. La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperatura de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenida mediante extrusión es superior a 40 N.

#### 25 Ejemplo 10 de acuerdo con el invento:

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 26 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por carbamatos de terc-butilo, con un 20 %; y el poliisocianato comercial Desmodur BL 3272 MPA, que conforma el 2,6 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla mediante radiación infrarroja a una temperatura de 300 °C durante 30 segundos. La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperatura de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenida mediante 40 extrusión es superior a 40 N.

#### Ejemplo 11:

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 57) que contiene un plastificante T8-10 que 45 conforma el 26 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por carbamatos de terc-butilo, con un 10 %; y el poliisocianato comercial Desmodur BL 3272 MPA, que conforma el 2.6 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona la superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla mediante radiación infrarroja a una temperatura de 300 °C durante 30 segundos. La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperatura de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenida mediante extrusión es superior a 40 N.

# Ejemplo 12 de acuerdo con el invento:

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante T8-10 que conforma el 26 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano protegido por carbamatos de terc-butilo, con un 10 %; y el poliisocianato comercial Desmodur BL 3272 MPA, que conforma el 2.6 % de su masa.

65 Se ha tratado con metiletilcetona la superficie de vidrio a temperatura ambiente antes de calentarla en un horno a una temperatura igual a 200 °C. La composición de PVC se aplica mediante inyección en las siguientes condiciones:

14

55

50

20

30

35

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 180 °C, con un perfil de temperatura de 165 a 180 °C;
- se aplica un tiempo de enfriamiento o mantenimiento de 30 segundos;
- la presión del cierre del molde es de 50 bares;
- el tiempo de inyección es de 1,6 segundos;
- el molde se mantiene a 35 °C

Se somete al sistema de PVC/vidrio a una temperatura de 300 °C inmediatamente después de su retirada del molde. La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenido mediante inyección es superior a 40 N.

10

15

5

#### Ejemplo 13 de acuerdo con el invento:

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 65) que contiene un plastificante TOTM que conforma el 39 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano, con un 1,4 %; y complejo de titanio comercial TNBT, que conforma el 0,85 % de su masa.

Se ha tratado con metiletilcetona una superficie metálica de acero inoxidable a temperatura ambiente antes de calentarla mediante radiación infrarroja a una temperatura de 350 °C. La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

20

25

- temperatura de la cabeza de la terraja igual a 170 °C, con un perfil de temperatura de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenida mediante extrusión es superior a 40 N.

#### Ejemplo 14 de acuerdo con el invento:

Se prepara una composición de PVC con una base de PVC (Kwert 57) que contiene un plastificante TOTM que conforma el 39 % de su masa; un estabilizante (Ca/Zn) que conforma el 1,5 %, un coestabilizante que conforma el 0,5 %; el 3-(aminopropil)trietoxisilano, con un 2,8 %; y complejo de titanio comercial Kr44, que conforma el 0,85 % de su masa. Se ha tratado con metiletilcetona una superficie metálica de acero inoxidable a temperatura ambiente antes de calentarla mediante radiación infrarroja a una temperatura de 350 °C. La composición de PVC se aplica mediante extrusión (Escuyer 40) en las siguientes condiciones:

35

- temperaturas de la cabeza de la terraja iguales a 170 °C, con un perfil de temperatura de 160 a 180 °C; y
- velocidad de extrusión de 35 vueltas/minuto.

La fuerza de adhesión resultante tras el enfriamiento en la prueba de adhesión del sistema obtenido mediante 40 extrusión es superior a 40 N.

#### **REIVINDICACIONES**

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

1. Procedimiento de aplicación sobre una superficie inorgánica de una composición de PVC autoadherente que contiene una composición (C) que incluye lo siguiente: un aminosilano que puede estar o no protegido; y al menos, un compuesto elegido de entre un complejo de titanio, un complejo de circonio o un compuesto isocianato que puede estar o no protegido: dicho procedimiento, que está compuesto por una fase de activación de la superficie, para la que se puede elegir entre un tratamiento térmico, una etapa de microgranallado, una etapa de tratamiento con plasma, una limpieza con disolvente y una etapa de silicalización. Procedimiento según la reivindicación 1 en el que la aplicación de la composición de PVC se lleva a cabo tras la etapa de tratamiento de superficie por moldeo mediante inyección, por extrusión, por moldeo mediante rotación o por moldeo mediante compresión, preferentemente por extrusión. Procedimiento según una de las reivindicaciones (1 o 2) por el cual la superficie inorgánica es una superficie de vidrio o de metal. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 3 por el que la superficie inorgánica es de vidrio. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones de la 1 a la 3 por el que la superficie inorgánica es de metal. Procedimiento según la reivindicación 4 por el cual la composición (C) incluye lo siguiente: un aminosilano que puede estar o no protegido; y un isocianato protegido o un complejo de titanio. Procedimiento según las reivindicaciones 4 o 6 por el cual la activación de la superficie se realiza mediante tratamiento térmico, preferentemente con calefacción radiante. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4, 6 o 7 en el cual la aplicación de la composición de PVC se realiza mediante extrusión. Procedimiento según la reivindicación 5 por el cual la composición (C) incluye lo siguiente: un aminosilano que puede estar o no protegido: v un isocianato protegido o un complejo de titanio. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 5 o 9 por el cual la activación de la superficie se realiza mediante tratamiento térmico, preferentemente con calefacción radiante. 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5, 9 o 10 en la que la aplicación de la composición de PVC se realiza mediante extrusión.