(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2014 208 814 A1** 2015.11.12

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 208 814.3**
(22) Anmeldetag: **09.05.2014**
(43) Offenlegungstag: **12.11.2015**

(51) Int Cl.: ***C09J 139/04*** (2006.01)
C09J 11/00 (2006.01)
C09J 7/02 (2006.01)
C09J 139/06 (2006.01)
C09J 133/08 (2006.01)
C09J 143/04 (2006.01)

(71) Anmelder:
tesa SE, 20253 Hamburg, DE

(72) Erfinder:
Schümann, Uwe, Dr., 25421 Pinneberg, DE;
Dietze, Sebastian, 22307 Hamburg, DE;
Ellringmann, Kai, Dr., 22589 Hamburg, DE;
Kupsky, Marco, 25451 Quickborn, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:
DE 10 2011 077 510 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Primer zur Verbesserung der Adhäsion von Klebebändern auf hydrophilen Oberflächen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft einen Primer, umfassend eine in einem oder mehreren Lösemitteln gelöste oder dispergierte Mischung G aus
– mindestens einem Copolymerisat, erhalten durch Copolymerisation einer Monomerenmischung, umfassend zu mindestens 90 Gew.-% die folgenden Monomere:
Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon und eines oder mehrere der Monomere a) und/oder b):
a) Acrylsäureester eines linearen, primären Alkohols mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
b) Acrylsäureester eines verzweigten, nichtzyklischen Alkohols mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
– mindestens einem organofunktionellen Silan der allgemeinen Struktur (I)

$(R^1O-)_xSi(R^2)_y(R^3)_z$ (I),

worin
die Reste R^1 unabhängig voneinander für einen C_1-C_4-Alkylrest, einen C_2-C_6-Alkoxyalkylrest oder einen Acetylrest stehen;
der Rest R^2 für einen Aminoalkylrest, eine Vinylgruppe, einen Methacryloxyalkylrest, einen Isocyanatoalkylrest, einen O-Methylcarbamatoalkylrest, einen Glycidoxyalkylrest oder einen Phenylrest steht;
die Reste R^3 unabhängig voneinander für einen C_1-C_{18}-Alkylrest stehen und x = 1, 2 oder 3; y = 0 oder 1 und z = 4 – x – y ist;
mindestens einer Metallverbindung ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Metallacetylacetonaten, Metallalkoxiden und Alkoxy-Metallacetylacetonaten. Ein solcher Primer ermöglicht eine gute Haftvermittlung zwischen Haftklebebändern und hydrophilen Oberflächen wie insbesondere Glas und lässt den Einbau funktionaler Füllstoffe zu.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft das technische Gebiet der Primer zur Verbesserung der Adhäsion von Klebebändern auf hydrophilen Oberflächen, beispielsweise auf Glasoberflächen. Insbesondere wird eine Primer-Zusammensetzung zur Verbesserung der Adhäsion von Polyacrylat-basierten Klebebändern vorgeschlagen, die Pigmente oder andere funktionale, füllstoffartige Stoffe in hoher Konzentration enthalten kann, ohne dass die haftvermittelnde Wirkung dadurch wesentlich beeinträchtig wird.

Stand der Technik

[0002] Primer, oft auch Haftvermittler oder Adhesion Promoter genannt, sind vielfach in Form von kommerziellen Produkten oder aus der technischen Literatur bekannt. Eine Übersicht über die in Primer-Formulierungen verwendbaren Stoffe bzw. Stoffklassen findet sich in J. Bielemann, Lackadditive (1998), Kap. 4.3., S.114–129.

[0003] Primerzusammensetzungen werden in einer Vielzahl von Patentschriften offenbart, jedoch werden nur in wenigen Schriften Primer beschrieben, mit denen eine Haftungsverbesserung von Klebebändern erreicht werden soll.

[0004] In der Schrift WO 2008/094721 A1 wird im Zusammenhang mit Klebebandanwendungen eine Primerzusammensetzung auf Basis eines Maleinsäureanhydrid-modifizierten Polyolefins und eines organischen Diamins vorgeschlagen, mit der eine Haftungsverbesserung auf polyolefinbasierten Materialien erzielt werden soll.

[0005] In der JP 2008-156566 A wird für Klebebandanwendungen eine Primerzusammensetzung auf Basis eines azidischen Acrylat-Polymers und eines fluorhaltigen Copolymers offenbart.

[0006] Zur Verbesserung der Haftung eines Klebebandes auf mit Melaminharz behandelten Substraten schlägt die WO 02/100961 A1 eine Primerzusammensetzung vor, die ein Acrylat-Copolymer, das mit einer Aminoalkylgruppe gepfropft ist, die endständige primäre Aminogruppen enthält, weiterhin ein Acrylat-Copolymer mit Carboxylgruppen in der molekularen Kette und ein Lösungsmittel enthält.

[0007] Die WO 03/052021 A1 beschreibt eine Primerzusammensetzung, die ein Polydiorganosiloxan-Polyharnstoff-Copolymer mit elektronenreichen Gruppen enthält und die Gestalt eines Primers, eines Klebstoffs, eines Haftklebstoffs oder eines anderen Beschichtungsstoffes haben kann. Auch diese Primerzusammensetzung wird in Zusammenhang mit Klebebandanwendungen genannt.

[0008] In den Schriften EP 833 865 B1, EP 833 866 B1, EP 739 383 B1 und US 5,602,202 werden Primerzusammensetzungen auf Basis von Mischungen aus Styrol/Dien-Blockcopolymeren oder Styrol/hydriertem Dien-Blockcopolymeren und ausgewählten Polyacrylaten beschrieben, die die Haftung von beidseitig haftklebrigen, geschäumten Klebebändern auf sowohl niederenergetischen als auch höherenergetischen Oberflächen verbessern sollen.

[0009] Ein Primer, der für die Verbesserung der Adhäsion von Klebebändern auf schwer verklebbaren Substraten, insbesondere auf verzinktem Stahl sowie auf thermoplastischen Elastomeren auf Olefinbasis wie z.B. PP/EPDM geeignet ist, ist in der DE 10 2011 077 510 A1 offenbart.

[0010] Keine der genannten Schriften befasst sich jedoch mit der Haftvermittlung auf Glas.

[0011] Zur Haftvermittlung auf hydrophilen Untergründen wie z.B. Glas kommen häufig Silan-Primer bzw. Silan-Haftvermittler zum Einsatz. Solche sind zum Beispiel beschrieben in der DE 10 2009 007 930 A1 oder der DE 10 2007 030 196 A1, ferner in der EP 577 014 A1, der EP 1 693 350 A1, EP 1 730 247 A1, US 2008 0245 271 A, US 2008 023 425 A oder der WO 2008/025846 A2.

[0012] Die in den genannten Schriften offenbarten Systeme sind jedoch nicht für die Verbesserung der Adhäsion von Klebebändern auf Glas ausgelegt. Sie enthalten dementsprechend keine geeigneten Komponenten, um die Adhäsion zu einem Haftklebstoff zu verbessern, insbesondere die Adhäsion zu einem Haftklebstoff aus Basis eines Copolymerisats aus Acrylsäureestern und optional Acrylsäure.

[0013] Verbesserungsbedarf besteht zusätzlich, wenn die Einarbeitung von Pigmenten oder anderen funktionalen Füllstoffen in den Primer in hoher Konzentration gewünscht ist. Häufig sind die sehr dünnflüssigen Dis-

persionen, Lösungen oder Zubereitungen der genannten Schriften kaum in der Lage, solche Füllstoffe aufzunehmen.

[0014] US 6,646,048 B2 offenbart eine Primerzusammensetzung aus einem reaktiven Acrylharz, das aus zwei verschiedenen Methacrylaten besteht, einer Silanverbindung, einem Epoxidharz vom Typ Bisphenol A und Ruß. Diese Primerzusammensetzung aus einem reaktiven Acrylharz und einem Silan eignet sich zwar für die Haftungsverbesserung einer Urethan-basierten Dichtmasse bzw. eines Reaktivklebstoffes auf Glas, für die Haftverbesserung eines Haftklebstoffbandes auf Glas ist sie jedoch als ungeeignet anzusehen. Anders als eine Urethan-basierte Dichtmasse und ein Reaktivklebstoff, die auch nach der Applikation noch vernetzen und so eine chemische Verbindung mit dem Primer eingehen können, ist die Polymerbasis der Haftklebstoffe während der Applikation des Klebebandes nicht mehr reaktiv. Durch die Primerzusammensetzung der US 6,646,048 B2 wird daher eine Haftverbesserung zwischen einem Klebeband und einem Glassubstrat nicht erreicht.

Aufgabe der Erfindung

[0015] Aufgabe der Erfindung ist allgemein die Bereitstellung eines Primers zur Verbesserung der Adhäsion von Klebebändern auf hydrophilen Oberflächen wie insbesondere Glas oder Keramik. Dabei soll der Primer vorzugsweise die Einarbeitung von Pigmenten oder anderen funktionalen Füllstoffen in hoher Konzentration ermöglichen, ohne dass hierdurch die haftvermittelnde Wirkung des Primers signifikant reduziert wird. Es soll möglich sein, Pigmente in einer derart hohen Konzentration in den Primer einzuarbeiten, dass bei einem dünnschichtigen Auftrag dieses Primers auf Glas Blickdichtigkeit erzielt wird. Mit dem Begriff „dünnschichtig“ ist hier eine Schichtdicke in der Größenordnung zwischen ungefähr 5 µm und 20 µm gemeint. Blickdicht heißt, dass man durch die Primerschicht nicht hindurchsehen können soll, dass also das sichtbare Licht durch die Primerschicht nicht hindurch scheinen soll.

[0016] Die haftvermittelnde Wirkung des Primers soll dabei schnell aufgebaut werden. Ein auf die Primerschicht aufgeklebtes Klebeband soll insbesondere schon nach 24 Stunden nicht mehr von der auf einer Glas- oder Keramikoberfläche aufgetragenen Primerschicht ablösbar sein.

Lösung der Aufgabe

[0017] Die Aufgabe wird durch den Gegenstand der Erfindung gelöst. Gegenstand der Erfindung ist in einer ersten und allgemeinen Ausführungsform ein Primer, der eine in einem oder mehreren Lösemitteln gelöste oder dispergierte Mischung G aus

– mindestens einem Copolymerisat, das durch Copolymerisation, vorzugsweise radikalische Copolymerisation, einer Monomerenmischung erhalten wird, die zu mindestens 90 Gew.-% die folgenden Monomere umfasst:
Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon und eines oder mehrere der Monomere a) und/oder b):
a) Acrylsäureester eines linearen, primären Alkohols mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
b) Acrylsäureester eines verzweigten, nichtzyklischen Alkohols mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
– mindestens einem organofunktionellen Silan der allgemeinen Struktur (I)

$$(R^1O\text{-})_x Si(R^2)_y(R^3)_z \qquad (I),$$

worin
die Reste R^1 unabhängig voneinander für einen C_1-C_4-Alkylrest, einen C_2-C_6-Alkoxyalkylrest oder einen Acetylrest stehen;
der Rest R^2 für einen Aminoalkylrest, eine Vinylgruppe, einen Methacryloxyalkylrest, einen Isocyanatoalkylrest, einen O-Methylcarbamatoalkylrest, einen Glycidoxyalkylrest oder einen Phenylrest steht;
die Reste R^3 unabhängig voneinander für einen C_1-C_{18}-Alkylrest stehen und x = 1, 2 oder 3; y = 0 oder 1 und z = 4 – x – y ist;
– mindestens einer Metallverbindung, die ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Metallacetylacetonaten, Metallalkoxiden und Alkoxy-Metallacetylacetonaten

umfasst.

[0018] „Vinylcaprolactam“ bezeichnet N-Vinylcaprolactam (CAS-Nr. 2235-00-9) und „Vinylpyrrolidon“ N-Vinyl-2-pyrrolidon (CAS-Nr. 88-12-0).

[0019] Unter einem Metallacetylacetonat wird erfindungsgemäß eine Koordinationsverbindung aus Acetylacetonat-Anionen und Metallkationen verstanden. Die allgemeine Formel lautet: $M(acac)_m$. M steht dabei für ein Metallkation, acac für das Acetylacetonat-Anion. Der IUPAC-Name für Acetylaceton lautet: Pentan-2,4-dion, die CAS-Nr. lautet: 123-54-6. m steht für die Anzahl der Acetylacetonat-Anionen, die zum Ladungsausgleich erforderlich sind. m hängt ab von der Oxidationsstufe des Metallkations.

[0020] Der Begriff Metallalkoxid steht synonym für „Metallalkoholat“. Es handelt sich um Koordinationsverbindungen der allgemeinen Formel: $M(OR)_n$. M steht dabei für ein Metallkation, OR für ein Alkoholatanion. R steht für einen Alkylrest. n steht für die Anzahl der Alkoholatanionen, die zum Ladungsausgleich erforderlich sind. n hängt ab von der Oxidationsstufe des Metallkations.

[0021] Unter Alkoxy-Metallacetylacetonaten werden in dieser Schrift gemischte Koordinationsverbindungen sowohl aus Acetylacetonat- als auch aus Alkoholat-Anionen und Metallkationen verstanden. Die allgemeine Formel lautet: $M(acac)_m(OR)_n$. M steht dabei für ein Metallkation, acac für das Acetylacetonat-Anion, OR für ein Alkoholatanion. R steht für einen Alkylrest. m und n stehen für die Anzahl der Acetylacetonat-Anionen beziehungsweise Alkoholatanionen, die zum Ladungsausgleich erforderlich sind. m und n hängen ab von der Oxidationsstufe des Metallkations.

[0022] Erfindungsgemäße Primer weisen eine starke Haftung auf hydrophilen Substraten wie insbesondere Glas oder Keramik einerseits und zu Klebebändern, insbesondere solchen mit polaren Haftklebstoffen, beispielsweise mit Haftklebstoffen auf Basis von Polyacrylsäureester, andererseits auf. Somit sind erfindungsgemäße Primer exzellente Haftvermittler für Verklebungen von Klebebändern auf Glas und Keramik.

[0023] Die haftvermittelnde Wirkung eines erfindungsgemäßen Primers setzt dabei sehr schnell ein. Es wurde gefunden, dass ein auf die Primerschicht aufgeklebtes Klebeband schon kurze Zeit nach dem Aufkleben, beispielsweise nach ungefähr 30 Minuten, nicht mehr zerstörungsfrei von der auf einer Glas- oder Keramikoberfläche aufgetragenen Primerschicht abgelöst werden konnte.

[0024] Darüber hinaus ist es möglich, einen erfindungsgemäßen Primer mit Pigmenten oder anderen funktionalen Füllstoffen zu füllen, ohne dass dessen haftvermittelnde Wirkung dadurch in einem anwendungstechnisch relevanten Ausmaß reduziert wird. Auch die Geschwindigkeit, mit der die haftvermittelnde Wirkung einsetzt und sich aufbaut, wird durch den Zusatz von Pigmenten oder anderen funktionalen Füllstoffen kaum beeinträchtigt. Wie sich gezeigt hat, gilt dies auch dann, wenn die Pigmente oder anderen funktionalen Füllstoffe in einer so hohen Konzentration in der Primerschicht enthalten sind, dass die Primerschicht bei einer Auftragsstärke von ca. 5–20 µm auf Glas lichtundurchlässig, also blickdicht ist. Die notwendige Konzentration der Pigmente beträgt dabei je nach Pigment zwischen 50 und 200 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Copolymerisate.

Nähere Beschreibung der Erfindung:

[0025] Unter einem Primer wird erfindungsgemäß im Einklang mit DIN EN ISO 4618 ein Beschichtungsstoff zum Herstellen einer Grundbeschichtung verstanden. Allgemein wird ein Primer oder Beschichtungsstoff auf die Oberfläche eines Substrates aufgetragen, danach kommt es zur Filmbildung durch Verdunsten des Lösemittels und/oder durch einen anderen chemischen oder physikalischen Härtungs- oder Filmbildungsprozess, und anschließend kann auf die so hergestellte Schicht ein weiterer, anderer Stoff, zum Beispiel ein Lack, eine Farbe, ein Klebstoff oder ein Klebeband aufgebracht werden. Voraussetzung für eine haftvermittelnde Wirkung eines Primers ist, dass einerseits eine gute Haftung der Primerschicht zum Substrat, dessen Oberfläche auch als Untergrund bezeichnet wird, erzielt wird, und andererseits auf der hergestellten Primerschicht der darauf aufzubringende weitere, andere Stoff ebenfalls gut haftet. Ein Primer hat eine optimale haftvermittelnde Wirkung, wenn es beim Versuch, den auf den Primer aufgebrachten Stoff oder das auf den Primer aufgebrachte Klebprodukt abzuschälen, zum kohäsiven Versagen innerhalb des Stoffes, des Klebproduktes bzw. des Klebebandes kommt oder wenn es dabei zur Zerstörung des Substrates kommt, auf dem der Primer zuvor aufgetragen wurde. Wenn die zum Abschälen des auf den Primer aufgebrachten Stoffes, Klebproduktes oder Klebebandes erforderlichen Kräfte höher sind, als sie es sind, wenn kein Primer verwendet wird, ist eine Haftverbesserung bzw. eine Verbesserung der Adhäsionskraft gegeben. Je höher diese Kräfte sind, desto stärker ist die Haftverbesserung bzw. die Verbesserung der Adhäsionskraft.

[0026] Ein Lösemittel im Sinne der Erfindung ist jede bekannte Flüssigkeit, die geeignet ist, die im Hauptanspruch offenbarte Mischung zu lösen oder zumindest fein zu verteilen, ohne mit den erfindungsgemäßen Stoffen dieser Mischung eine unerwünschte chemische Reaktion einzugehen. Bevorzugte erfindungsgemäße

Lösemittel sind organische Lösemittel, zum Beispiel Ester, Ketone, aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe sowie halogenierte Kohlenwasserstoffe. Ein besonders bevorzugtes Lösemittel ist Ethylacetat mit der CAS-Nr. 141-78-6. Wasser und andere anorganische Lösemittel sind ebenfalls vom Erfindungsgedanken eingeschlossen.

[0027] Unter einer dispergierten Mischung wird erfindungsgemäß eine feinverteilte, homogene Mischung verstanden. Der Grad der Feinverteilung und Homogenität wird nicht streng definiert, er muss aber ausreichend sein, dass es nach dem Beschichten zur Ausbildung einer geschlossenen Schicht kommt und die Größe der nicht auf molekularer Ebene gelösten Agglomerate oder Aggregate genügend gering ist, dass die Funktion der Primerschicht als beispielsweise haftvermittelnde Schicht gewährleistet ist.

[0028] Die im erfindungsgemäßen Primer enthaltene Mischung G umfasst bevorzugt zumindest ein Copolymerisat, das durch radikalische Copolymerisation folgender Monomere erhalten wird:
Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon und eines oder mehrere der folgenden Monomere a) und/oder b):

a) Acrylsäureester eines linearen, primären Alkohols mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,

b) Acrylsäureester eines verzweigten, nichtzyklischen Alkohols mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,

wobei die Summe aus Vinylcaprolactam und Vinylpyrrolidon sowie den Monomeren a) und b) bevorzugt – bei mehreren Copolymerisaten jeweils – 100 Gew.-% des Copolymerisats ausmacht.

[0029] Bevorzugt ist das mindestens eine Copolymerisat der Mischung G des erfindungsgemäßen Primers ein Haftklebstoff. Besonders bevorzugt sind alle in der Mischung G enthaltenen Copolymerisate Haftklebstoffe.

[0030] Unter einem Haftklebstoff wird erfindungsgemäß, wie im allgemeinen Sprachgebrauch üblich, ein Stoff verstanden, der – insbesondere bei Raumtemperatur – dauerhaft klebrig sowie klebfähig ist. Charakteristisch für einen Haftklebstoff ist, dass er durch Druck auf ein Substrat aufgebracht werden kann und dort haften bleibt, wobei der aufzuwendende Druck und die Einwirkdauer dieses Drucks nicht näher definiert werden. In manchen Fällen, abhängig von der genauen Art des Haftklebstoffs, der Temperatur und der Luftfeuchtigkeit sowie des Substrats, reicht die Einwirkung eines kurzfristigen, minimalen Drucks, der über eine leichte Berührung für einen kurzen Moment nicht hinausgeht, um den Haftungseffekt zu erzielen, in anderen Fällen kann auch eine längerfristige Einwirkdauer eines hohen Drucks notwendig sein.

[0031] Haftklebstoffe haben besondere, charakteristische viskoelastische Eigenschaften, die zu der dauerhaften Klebrigkeit und Klebfähigkeit führen. Kennzeichnend für sie ist, dass, wenn sie mechanisch deformiert werden, es sowohl zu viskosen Fließprozessen als auch zum Aufbau elastischer Rückstellkräfte kommt. Beide Prozesse stehen hinsichtlich ihres jeweiligen Anteils in einem bestimmten Verhältnis zueinander, abhängig sowohl von der genauen Zusammensetzung, der Struktur und dem Vernetzungsgrad des Haftklebstoffes als auch von der Geschwindigkeit und Dauer der Deformation sowie von der Temperatur.

[0032] Der anteilige viskose Fluss ist zur Erzielung von Adhäsion notwendig. Nur die viskosen Anteile, hervorgerufen durch Makromoleküle mit relativ großer Beweglichkeit, ermöglichen eine gute Benetzung und ein gutes Anfließen auf das zu verklebende Substrat. Ein hoher Anteil an viskosem Fluss führt zu einer hohen Haftklebrigkeit (auch als Tack oder Oberflächenklebrigkeit bezeichnet) und damit oft auch zu einer hohen Klebkraft. Stark vernetzte Systeme, kristalline oder glasartig erstarrte Polymere sind mangels fließfähiger Anteile in der Regel nicht oder zumindest nur wenig haftklebrig.

[0033] Die anteiligen elastischen Rückstellkräfte sind zur Erzielung von Kohäsion notwendig. Sie werden zum Beispiel durch sehr langkettige und stark verknäuelte sowie durch physikalisch oder chemisch vernetzte Makromoleküle hervorgerufen und ermöglichen die Übertragung der auf eine Klebverbindung angreifenden Kräfte. Sie führen dazu, dass eine Klebverbindung einer auf sie einwirkenden Dauerbelastung, zum Beispiel in Form einer dauerhaften Scherbelastung, in ausreichendem Maße über einen längeren Zeitraum standhalten kann.

[0034] Zur genaueren Beschreibung und Quantifizierung des Maßes an elastischem und viskosem Anteil sowie des Verhältnisses der Anteile zueinander können die mittels Dynamisch Mechanischer Analyse (DMA) ermittelbaren Größen Speichermodul (G‘) und Verlustmodul (G‘‘) herangezogen werden. G‘ ist ein Maß für den elastischen Anteil, G‘‘ ein Maß für den viskosen Anteil eines Stoffes. Beide Größen sind abhängig von der Deformationsfrequenz und der Temperatur.

[0035] Die Größen können mit Hilfe eines Rheometers ermittelt werden. Das zu untersuchende Material wird dabei zum Beispiel in einer Platte-Platte-Anordnung einer sinusförmig oszillierenden Scherbeanspruchung ausgesetzt. Bei schubspannungsgesteuerten Geräten werden die Deformation als Funktion der Zeit und der zeitliche Versatz dieser Deformation gegenüber dem Einbringen der Schubspannung gemessen. Dieser zeitliche Versatz wird als Phasenwinkel δ bezeichnet. Der Speichermodul G‘ ist wie folgt definiert: $G' = (\tau/\gamma)\cdot\cos(\delta)$ (τ = Schubspannung, γ = Deformation, δ = Phasenwinkel = Phasenverschiebung zwischen Schubspannungs- und Deformationsvektor). Die Definition des Verlustmoduls G" lautet: $G'' = (\tau/\gamma)\cdot\sin(\delta)$ (τ = Schubspannung, γ = Deformation, δ = Phasenwinkel = Phasenverschiebung zwischen Schubspannungs- und Deformationsvektor).

[0036] Ein Stoff gilt im Allgemeinen als haftklebrig und wird im Sinne der Erfindung als haftklebrig definiert, wenn bei Raumtemperatur, hier definitionsgemäß bei 23°C, im Deformationsfrequenzbereich von 10^0 bis 10^1 rad/sec G‘ zumindest zum Teil im Bereich von 10^3 bis 10^7 Pa liegt und wenn G‘‘ ebenfalls zumindest zum Teil in diesem Bereich liegt. „Zum Teil“ heißt, dass zumindest ein Abschnitt der G‘-Kurve innerhalb des Fensters liegt, das durch den Deformationsfrequenzbereich von einschließlich 10^0 bis einschließlich 10^1 rad/sec (Abszisse) sowie den Bereich der G‘-Werte von einschließlich 10^3 bis einschließlich 10^7 Pa (Ordinate) aufgespannt wird, und wenn zumindest ein Abschnitt der G‘‘-Kurve ebenfalls innerhalb dieses Fensters liegt.

[0037] Haftklebstoffe, die Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon im Copolymerisat enthalten, weisen üblicherweise nur durchschnittliche Klebeeigenschaften auf. Umso überraschender war es, dass im Rahmen der vorliegenden Erfindung gefunden wurde, dass ein Primer, der als Haftklebstoff ein erfindungsgemäßes Copolymerisat mit Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon als Monomerkomponenten enthält, herausragende haftvermittelnde Eigenschaften aufweist und eine sehr feste Bindung von Klebebändern zu hydrophilen Substraten, insbesondere Glas, herstellt.

[0038] Besonders bevorzugt ist das Copolymerisat ein Haftklebstoff, und die Monomerenmischung des Copolymerisats umfasst nur Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon sowie eines oder mehrere der Monomere a) und/oder b), d.h. das Copolymerisat ist nur aus diesen Monomeren aufgebaut, ohne dass weitere copolymerisierbare Monomere enthalten sind. Ein Primer, der auf einem derartigen Copolymerisat basiert, weist besonders gute haftvermittelnde Eigenschaften auf. Darüber hinaus kann vorteilhaft auf die Anwesenheit anderer – insbesondere weich machender – Comonomere und Komponenten als den genannten verzichtet werden. So kann beispielsweise vollständig auf Comonomere mit zyklischen Kohlenwasserstoffbausteinen verzichtet werden.

[0039] Lineare Alkylsäureester mit 2 bis 10 C-Atomen im Alkylrest sind Ethylacrylat, n-Propylacrylat, n-Butylacrylat, n-Pentylacrylat, n-Hexylacrylat, n-Heptylacrylat, n-Octylacrylat, n-Nonylacrylat, n-Decylacrylat. Bevorzugt enthält die Monomerenmischung n-Butylacrylat.

[0040] Verzweigte nichtzyklische Acrylsäureester mit 3 bis einschließlich 12 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols werden bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Ethylhexylacrylat (EHA), 2-Propylheptylacrylat, Isooctylacrylat, iso-Butylacrylat, iso-Amylacrylat und iso-Decylacrylat. Besonders bevorzugt sind die Monomere b) ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Ethylhexylacrylat (EHA), 2-Propylheptylacrylat und Isooctylacrylat (genauer: die Acrylsäureester, bei denen die Alkoholkomponente auf ein Gemisch primärer Isooctanole zurückzuführen ist, also auf solche Alkohole, die aus einem Isohepten-Gemisch durch Hydroformylierung u. anschließende Hydrierung gewonnen werden können).

[0041] Das Gewichtsverhältnis (Monomere a) und b)): (Vinylcaprolactam + Vinylpyrrolidon) beträgt bevorzugt von 95:5 bis 40:60, stärker bevorzugt von 85:15 bis 50:50, insbesondere von 80:20 bis 60:40, beispielsweise von 75:25 bis 65:35.

[0042] Sehr bevorzugt besteht die Monomerenmischung aus Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon und genau einem Monomer der Sorte a), wobei besonders bevorzugt als Monomer a) n-Butylacrylat gewählt wird. Als weiteres Monomer ist Vinylcaprolactam besonders bevorzugt. Insbesondere besteht die Monomerenmischung daher aus Vinylcaprolactam und n-Butylacrylat. In einer derartigen Monomerenmischung beträgt das Gewichtsverhältnis n-Butylacrylat: Vinylcaprolactam bevorzugt von 95:5 bis 50:50, stärker bevorzugt von 80:20 bis 60:40.

[0043] Erfindungsgemäß kann die Monomerenmischung bis zu 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung, weitere copolymerisierbare Monomere neben den vom Erfindungsgegenstand ohnehin umfassten Monomeren enthalten. Als solche weiteren copolymerisierbaren Monomere können ohne besondere Einschränkung alle dem Fachmann bekannten radikalisch polymerisierbaren C=C-

Doppelbindungs-haltigen Monomere oder Monomergemische verwendet werden. Beispielhaft können die weiteren Monomere ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus: Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylmethacrylat, Benzylacrylat, Benzylmethacrylat, Phenylacrylat, Phenylmethacrylat, Isobornylacrylat, Isobornylmethacrylat, t-Butylphenylacrylat, t-Butylaphenylmethacrylat, Dodecylmethacrylat, Laurylacrylat, n-Undecylacrylat, Stearylacrylat, Tridecylacrylat, Behenylacrylat, Cyclohexylmethacrylat, Cyclopentylmethacrylat, Phenoxyethylacrlylat, Phenoxyethylmethacrylat, 2-Butoxyethylmethacrylat, 2-Butoxy-ethylacrylat, 3,3,5-Trimethylcyclohexylacrylat, 3,5-Dimethyladamantylacrylat, 4-Cumyl-phenylmethacrylat, Cyanoethylacrylat, Cyanoethylmethacrylat, 4-Biphenylacrylat, 4-Biphenylmethacrylat, 2-Naphthylacrylat, 2-Naphthylmethacrylat, Tetrahydrofufuryl-acrylat, Maleinsäureanhydrid, Hydroxyethylacrylat, Hydroxypropylacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylmethacrylat, 6-Hydroxyhexylmethacrylat, Allylalkohol, Glycidylacrylat, Glycidylmethacrylat, 2-Butoxyethylacrylat, 2-Butoxyethylmethacrylat, 3-Methoxyacrylsäuremethylester, 3-Methoxybutylacrylat, Phenoxyethylacrlylat, Phenoxy-ethylmethacrylat, 2-Phenoxyethylmethacrylat, Butyldiglykolmethacrylat, Ethylenglycolacrylat, Ethylenglycolmonomethylacrylat, Methoxy Polyethylenglykolmethacrylat 350, Methoxy Polyethylenglykolmethacrylat 500, Propylenglycolmonomethacrylat, Butoxydiethylenglykolmethacrylat, Ethoxytriethylenglykolmethacrylat, Octafluoropentylacrylat, Octafluoropentylmethacrylat, 2,2,2-Trifluoroethylmethacrylat, 1,1,1,3,3,3-Hexafluoroisopropylacrylat, 1,1,1,3,3,3-Hexafluoroisopropylmethacrylat, 2,2,3,3,3-Pentafluoropropylmethacrylat, 2,2,3,4,4,4-Hexafluorobutylmethacrylat, 2,2,3,3,4,4,4- Heptafluorobutylacrylat, 2, 2,3,3,4,4,4 Heptafluorobutylmethacrylat, 2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8 Pentadecafluorooctylmethacrylat, Dimethylaminopropylacrylamid, Dimethylaminopropylmethacrylamid, N-(1-Methyl-undecyl)acrylamid, N-(n-Butoxymethyl)acrylamid, N-(Butoxymethyl)methacrylamid, N-(Ethoxymethyl)acrylamid, N-(n-Octadecyl) acrylamid, weiterhin N,N-Dialkyl-substituierte Amide, wie beispielsweise N,N-Dimethylacrylamid, N,N-Dimethylmethacrylamid, N-Benzylacrylamide, N-Isopropylacrylamid, N-tert-Butylacrylamid, N-tert-Octylacrylamid, N-Methylolacrylamid, N-Methylolmethacrylamid, Acrylnitril, Methacrylnitril, Vinylether, wie Vinylmethylether, Ethylvinylether, Vinylisobutylether, Vinylester, wie Vinylacetat, Vinylchlorid, Vinylhalogenide, Vinylidenchlorid, Vinylidenhalogenide, Vinylpyridin, 4-Vinylpyridin, N-Vinylphthalimid, Styrol, a- und p-Methylstyrol, a-Butylstyrol, 4-n-Butylstyrol, 4-n-Decylstyrol, 3,4-Dimethoxystyrol. Makromonomere wie 2-Polystyrolethylmethacrylat (Molekulargewicht MW von 4000 bis 13000 g/mol), Poly(Methylmethacrylat)ethylmethacrylat (MW von 2000 bis 8000 g/mol).

[0044] Vorzugsweise enthält die Monomerenmischung des Copolymerisats des erfindungsgemäßen Primers maximal 50 Gew.-%, besonders bevorzugt maximal 40 Gew.-% Vinylcaprolactam und Vinylpyrrolidon, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung. Ebenfalls bevorzugt enthält die Monomerenmischung vorzugsweise mindestens 10 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 20 Gew.-%, insbesondere mindestens 30 Gew.-% Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung.

[0045] Das Monomerengemisch enthält bevorzugt maximal 1 Gew.-%, besonders bevorzugt maximal 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung, Acrylsäure. Insbesondere ist die Monomerenmischung frei von Acrylsäure.

[0046] Bevorzugt beträgt die Konzentration des Copolymerisats beziehungsweise der Gesamtheit aller Copolymerisate der Mischung G, bezogen auf das Gesamtgewicht des Primers, von 1 Gew.-% bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt von 2 Gew.-% bis 20 Gew.-%, insbesondere von 3 Gew.-% bis 10 Gew.%.

[0047] In dem organofunktionellen Silan der allgemeinen Struktur (I) stehen die Reste R^1 unabhängig voneinander bevorzugt für einen Methyl-, Ethyl-, 2-Methoxyethyl- oder einen Acetylrest. Die Reste R^3 stehen unabhängig voneinander bevorzugt für einen Methyl-, Isooctyl-, Hexadecyl- oder einen Cyclohexylrest. Der Rest R^2 steht bevorzugt für einen Aminoalkyl-, Glycidoxyalkyl-, Vinyl-, Methacryloxymethyl-, 3-Methacryloxypropyl- oder einen Phenylrest, insbesondere für einen 3-Glycidoxy-(n-)propyl- oder einen Aminoalkylrest oder eine Vinylgruppe.

[0048] Besonders bevorzugt ist der Rest R^2 ein Glycidoxyalkylrest und y = 1. Ebenfalls besonders bevorzugt enthält das organofunktionelle Silan der allgemeinen Struktur (1) einen Aminoalkylrest oder eine Vinylgruppe. Insbesondere ist das bzw. sind die organofunktionelle(n) Silan(e) der allgemeinen Struktur (I) ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilan (z.B. GENIOSIL® GF 80, Firma Wacker), 3-Glycidoxypropyltriethoxysilan (z.B. GENIOSIL® GF 82, Firma Wacker), N-Cyclohexylaminomethyl-methyldiethoxysilan, N-Cyclohexylaminomethyltriethoxysilan, N-Phenylaminomethyltrimethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-amino-propyltrimethoxysilan, N-Cyclohexyl-3-aminopropyltrimethoxysilan, 3-Aminopropyltriethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropylmethyldimethoxysilan, 3-Aminopropyltrimethoxysilan, , Vinyltrimeth-

oxysilan, Vinyldimethoxymethylsilan, Vinyltriethoxysilan, Vinyltris(2-methoxyethoxy)-silan und Vinyltriacetoxysilan.

[0049] Synonyme für „Alkoxy-Metallacetylacetonat“ sind Metallalkoxidacetylacetonat oder Metallacetylacetonatalkoxid. Die Metallverbindung darf erfindungsgemäß noch weitere Liganden tragen, ohne den Erfindungsgedanken zu verlassen.

[0050] Das Metall ist bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titan, Aluminium, Zirkonium, Zink und Eisen; insbesondere ist das Metall Titan oder Zirkonium. Besonders bevorzugt ist die Metallverbindung ausgewählt aus Titan- oder Zirkoniumalkoxiden. Ganz besonders bevorzugt ist die Metallverbindung Titantetraisopropanolat $Ti(iPr)_4$.

[0051] Der Gewichtsanteil der Gesamtheit der Metallverbindungen an der Mischung G ist vorzugsweise höher als der Gewichtsanteil der Gesamtheit der organofunktionellen Silane der allgemeinen Struktur (I).

[0052] Ein erfindungsgemäßer Primer kann über die bisher genannten Substanzen hinaus weitere Bestandteile enthalten, beispielsweise Additive wie andere Polymere, Harze, Weichmacher, Stabilisatoren, rheologische Additive, Füllstoffe, Pigmente, Vernetzer, Initiatoren, Katalysatoren, Beschleuniger und dergleichen.

[0053] Bevorzugt wurde dem erfindungsgemäßen Primer während seiner Herstellung ein Wasserfänger zugemischt. Besonders bevorzugt wurde dem erfindungsgemäßen Primer während seiner Herstellung Tosylisocyanat (CAS-Nr. 4083-64-1) zugemischt. Der Anteil des eingesetzten Wasserfängers beträgt bevorzugt 1 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtheit aller Copolymerisate der Mischung G.

[0054] Bevorzugt ist der erfindungsgemäße Primer frei von anderen Polymeren als dem/den Copolymerisat(en) der Mischung G. Ebenfalls bevorzugt ist der erfindungsgemäße Primer frei von Epoxidharzen.

[0055] Der erfindungsgemäße Primer enthält bevorzugt einen oder mehrere fluoreszierende optische Aufheller. Dies ist vorteilhaft, weil sich auf diese Weise ein geprimerter Untergrund kenntlich machen lässt. Ohne optische Kenntlichmachung ist es häufig schwer, einen geprimerten Untergrund von einem nicht geprimerten Untergrund zu unterscheiden, da die Auftragsstärke eines Primers in der Regel sehr dünn und somit optisch kaum wahrnehmbar ist. Ein bevorzugter fluoreszierender optischer Aufheller ist 2,5-Thiophendiylbis(5-tert-butyl-1,3-benzoxazol), CAS-Nr. 7128-64-5, kommerziell erhältlich unter dem Handelsnamen Tinopal OB®.

[0056] Bevorzugt beträgt die Summe der Gewichtsanteile der Mischung G und der Lösemittel am erfindungsgemäßen Primer mindestens 80 %, stärker bevorzugt mindestens 85 %, insbesondere mindestens 90 %, beispielsweise mindestens 92 % und ganz besonders bevorzugt mindestens 95 %.

[0057] Ein erfindungsgemäßer Primer enthält bevorzugt die folgenden Komponenten in den angegebenen Anteilen, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Primers:

– Copolymerisat(e)	3 bis 9 Gew.-%
– Lösemittel	65 b is 90 Gew.-%
– Silan(e) der Struktur (I)	0,5 b is 7 Gew.-%
– Metallverbindung(en)	2 bis 12 Gew.-%
– Additive	1 bis 10 Gew.-%,

wobei sich die Anteile zu 100 Gew.-% addieren.

[0058] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung eines erfindungsgemäßen Primers zur Herstellung einer haftvermittelnden Schicht, bevorzugt zur Herstellung einer Pigmente und/oder andere funktionale Füllstoffe enthaltenden, haftvermittelnden Schicht, insbesondere einer Ruß enthaltenden, haftvermittelnden Schicht.

[0059] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Herstellen einer haftvermittelnden Schicht auf einem Substrat, welches das Aufbringen eines erfindungsgemäßen Primers auf ein Substrat und das Entfernen des einen oder der mehreren Lösemittel umfasst.

Produkteigenschaften

[0060] Erfindungsgemäße Primer haben eine exzellente Haftung auf insbesondere Glas, aber auch auf vielen anderen hydrophilen Oberflächen wie zum Beispiel Keramik. Klebebänder mit polaren Haftklebstoffen, insbesondere mit Haftklebstoffen auf Basis von Copolymerisaten aus Acrylsäureestern und Acrylsäure, haften ausgezeichnet auf einem erfindungsgemäßen Primer. Die exzellente Haftung zeigt sich darin, dass das Klebeband überwiegend nur noch unter Zerstörung, das heißt unter innerer Klebebandspaltung, ablösbar ist. Die haftvermittelnde Wirkung eines erfindungsgemäßen Primers setzt überraschenderweise sehr schnell ein. Ein auf die Primerschicht aufgeklebtes Klebeband kann häufig schon kurze Zeit nach dem Aufkleben, meist nach ungefähr 30 Minuten, nicht mehr von der auf einer Glas- oder Keramikoberfläche aufgetragenen Primerschicht zerstörungsfrei abgelöst werden. Das heißt, dass das Klebeband durch den haftvermittelnden Einfluss des Primers sehr schnell und sehr stark aufgezogen ist. Unter dem Begriff „Aufziehen“ versteht der Fachmann dabei die Erhöhung der Verklebungsfestigkeit bei Lagerung eines Klebeverbundes aus Substrat und Klebeband.

[0061] Erfindungsgemäße Primer ließen sich auch so einstellen, dass sich ein Klebeband nach mehrwöchigen Feuchtwärmelagerungen oder Klimawechsellagerungen (Temperaturen von 60 ° bis 90 °C bei gleichzeitiger relativer Luftfeuchtigkeit von größer oder gleich 80 %) des Klebverbundes aus dem mit dem Primer beschichteten Untergrund und dem darauf aufgeklebten Klebeband überwiegend nur unter Zerstörung des Klebebandes ablösen lässt.

[0062] Überraschenderweise wurde im Rahmen der vorliegenden Erfindung gefunden, dass die haftvermittelnde Wirkung des Primers auch dann nicht – zumindest nicht messbar – beeinträchtigt wird, wenn dem Primer Farbpigmente oder anderen funktionale Füllstoffe, insbesondere Mineralfüllstoffe, beigefügt werden. Auch die Geschwindigkeit, mit der die haftvermittelnde Wirkung einsetzt und sich aufbaut, und deren Stärke wird durch den Zusatz von Farbpigmenten oder anderen funktionalen Füllstoffen nicht beeinträchtigt, auch dann nicht, wenn die Farbpigmente oder anderen funktionalen Füllstoffe in einer so hohen Konzentration in der Primerschicht enthalten sind, dass die Primerschicht bei einer Auftragsstärke von ca. 5–20 µm auf Glas lichtundurchlässig, also blickdicht ist. Die notwendige Konzentration der Farbpigmente beträgt dabei je nach Farbpigment zwischen 50 und 200 Masseprozent, bezogen auf das Copolymerisat. Die Klebebänder haften auch mit dieser Farbpigment- oder Füllstoffkonzentration im Primer noch so gut, dass es beim Abschälversuch bei Verklebungen auf Glas oder Keramik zum kohäsiven Versagen innerhalb des Klebebandes kommt, wobei dieser Effekt bereits 30 Minuten nach dem Aufkleben des Klebebandes auf die auf der Glas- oder Keramikoberfläche aufgetragene Primerschicht erreicht wird.

[0063] Es ist möglich, den erfindungsgemäßen Primer mit bestimmten Funktionalitäten auszustatten, wenn nämlich funktionale Füllstoffe verwendet werden. So kann der Primer nicht nur wie beschrieben eingefärbt werden, wenn Farbpigmente wie zum Beispiel Ruß oder Titandioxid zugesetzt werden, sondern der Primer kann ferner auch elektrisch oder thermisch leitfähig gemacht werden, wenn z.B. Metallpartikel zugesetzt werden. Auch kann der Primer durch die Wahl des Füllstoffs in seinem pH-Wert eingestellt werden, wodurch zum Beispiel durch Verwendung von Calciumoxid eine antibakterielle Wirkung erzeugt werden kann. Auch rheologisch wirksame Füllstoffe, wie zum Beispiel pyrogene Kieselsäuren können verwendet werden, so dass zum Beispiel auch relativ dicke, formstabile Primerschichten erzeugt werden können. Weiterhin ist es möglich, durch einen hohen Anteil an preisgünstigen Mineralfüllstoffen, wie zum Beispiel Kreide, die Kosten für den Primer zu senken, ohne dass die Leistungsfähigkeit messbar beeinträchtigt wird.

[0064] Dies eröffnet ein großes Spektrum an neuen Einsatzmöglichkeiten für Primer. So können Eigenschaften, die bislang durch einen Klebstoff verwirklicht werden mussten, wie eine Einfärbung, jetzt durch den Primer abgedeckt werden, was wiederum den Vorteil mit sich bringt, dass geringere Ansprüche an das Klebstoffsystem zu stellen sind.

[0065] Die Herstellung einer haftvermittelnden Schicht mit dem erfindungsgemäßen Primer erfolgt in bekannter Weise, indem nämlich auf einem Substrat zunächst der Primer aufgebracht wird. Im Anschluss lässt man das oder die Lösemittel verdunsten, woraufhin das Klebeband appliziert werden kann. Zwischen Aufbringen/Verdunsten des Lösemittels und der Applikation des Klebebandes können nur wenige Minuten, aber auch einige Tage oder Wochen liegen.

Beispiele

[0066] Die folgenden Prüfmethoden wurden eingesetzt, um die erfindungsgemäß hergestellten Muster kurz zu charakterisieren:

Dynamisch Mechanische Analyse (DMA) zur Bestimmung des Speichermoduls G‘ und des Verlustmoduls G‘‘

[0067] Zur Charakterisierung der Haftklebrigkeit der im Primer enthaltenen Copolymerisate erfolgten Bestimmungen des Speichermoduls G‘ und des Verlustmoduls G‘‘ mittels Dynamisch Mechanischer Analyse (DMA). Die Messungen erfolgten mit dem schubspannungsgesteuerten Rheometer DSR 200 N der Firma Rheometric Scientific im Oszillationsversuch bei einer sinusförmig oszillierenden Scherbeanspruchung in einer Platte-Platte-Anordnung. Der Speichermodul G‘ und der Verlustmodul G‘‘ wurden im Frequenzsweep von 10^{-1} bis 10^{2} rad/sec bei einer Temperatur von 23 °C bestimmt. G‘ und G‘‘ sind folgendermaßen definiert:

$G' = \tau/\gamma \cdot \cos(\delta)$ (τ = Schubspannung, γ = Deformation, δ = Phasenwinkel = Phasenverschiebung zwischen Schubspannungs- und Deformationsvektor).

$G'' = \tau/\gamma \cdot \sin(\delta)$ (τ = Schubspannung, γ = Deformation, δ = Phasenwinkel = Phasenverschiebung zwischen Schubspannungs- und Deformationsvektor).

Die Definition der Winkelfrequenz lautet: $\omega = 2\pi \cdot f$ (f = Frequenz). Die Einheit ist rad/sec.

[0068] Die Dicke der gemessenen haftklebrigen Copolymerisat-Proben betrug stets zwischen 0,9 und 1,1 mm (1 +/–0,1 mm). Die haftklebrigen Copolymerisat-Proben wurden hergestellt, indem die weiter unten beschriebenen Copolymerisate auf einer beidseitig silikonisierten Polyesterfolie (Trennliner) ausgestrichen wurden, das Lösungsmittel bei 70° C abgedampft wurde und die so erhaltenen 100 µm dicken Ausstriche so oft aufeinandergelegt wurden, bis eine Dicke von ca. 1 mm erreicht war. Der Probendurchmesser betrug jeweils 25 mm. Die Vorspannung erfolgte mit einer Belastung von 3N. Der Stress der Probenkörper betrug bei allen Messungen 2500 Pa.

Klebkraft

[0069] Die Klebkraft wurde in Anlehnung an PSTC-101 bei Raumtemperatur bestimmt. Nach dieser Methode wurde zunächst der Primer auf das Substrat (den Untergrund) dünn aufgetragen. Dies erfolgte mit einem Pinselaufstrich des Primers auf das Substrat. Nach dem Abdunsten des Lösemittels wurde der zu messende Klebstreifen (das Klebeband) auf den nunmehr mit dem Primer in einer Schichtdicke von ungefähr 1 µm bis 10 µm versehenen Untergrund aufgebracht (aufgeklebt). Dazu wurde ein Streifen des Klebebandes in definierter Breite (Standard: 20 mm) auf den mit dem Primer beschichteten Untergrund mit den Abmessungen 50 mm × 125 mm × 1,1 mm durch zehnmaliges Überrollen mittels einer 5 kg Stahlrolle geklebt. Die Zeit zwischen dem letzten Überrollen des Klebebandes und dem Abziehen betrug: a) 30 Minuten, b) 3 Tage. Der Abzugswinkel betrug jeweils 90°, die Abzugsgeschwindigkeit 300 mm/min. Die zum Abziehen erforderliche Kraft ist die Klebkraft, welche in der Einheit N/cm angegeben wird und sich somit auf eine normierte Klebebandbreite von 1 cm bezieht. Ermittelt wurde neben der Klebkraft die Art des Versagens der Klebverbindung. Die gemessenen Klebstreifen waren mit einer 23 µm dicken, mit Trichloressigsäure angeätzten Polyesterfolie rückseitenverstärkt. Alle Messungen wurden in einem klimatisierten Raum bei 23 °C und 50 % relativer Luftfeuchte durchgeführt.

Klimalagerungen

[0070] Die Verbunde aus dem mit dem erfindungsgemäßen Primer beschichteten Substrat und dem darauf aufgeklebten Klebeband wurden Lagerungen bei ausgewählten klimatischen Bedingungen unterworfen, um die klimatische Belastbarkeit der Verklebung zu ermitteln.

Lagerung a): zweiwöchige Lagerung in einem Klima von 85 °C und 85% relative Luftfeuchtigkeit;
Lagerung b): zweiwöchige Klimawechsellagerung mit den Zyklen 4 Stunden –40 °C, 4 Stunden Aufheizen / Abkühlen, 4 Stunden 80°C/80% relative Luftfeuchtigkeit.

Nach Ablauf der Lagerzeit wurden die mit einer 23 µm dicken, mit Trichloressigsäure angeätzten Polyesterfolie rückseitenverstärkten Proben der Klebkraftprüfung bei einem Abzugswinkel von jeweils 90° und einer Abzugsgeschwindigkeit von 300 mm/min in einem klimatisierten Raum bei 23 °C und 50 % relativer Luftfeuchte unterzogen.

Transmissionsmessung mit UV/VIS-Spektrometer

[0071] Die Messung der Lichttransmission erfolgte mit dem UV/VIS-Spektrometer UVIKON 923 der Firma Kontron im Wellenlängenbereich von 190 bis 850nm.

Statische Glasübergangstemperatur

[0072] Die Bestimmung der statischen Glasübergangstemperatur erfolgt über Dynamische Differenzkalorimetrie nach DIN 53765. Die Angaben zur Glasübergangstemperatur T_g beziehen sich auf den Glasumwandlungstemperatur-Wert T_g nach DIN 53765: 1994-03, sofern im Einzelfall nichts anderes angegeben ist. Aufheizkurven laufen mit einer Heizrate von 10 K/min. Die Muster werden in Al-Tiegeln mit gelochtem Deckel und Stickstoffatmosphäre vermessen. Es wird die zweite Aufheizkurve ausgewertet. Eine Glasübergangstemperatur ist als Wendepunkt im Thermogramm erkennbar.

Molekulargewichte

[0073] Die Bestimmung des mittleren Molekulargewichtes M_W beziehungsweise des mittleren Molekulargewichtes M_N und der Polydispersität D erfolgte mittels Gelpermeationschromatographie (GPC). Als Eluent wurde THF mit 0,1 Vol.-% Trifluoressigsäure eingesetzt. Die Messung erfolgte bei 25 °C. Als Vorsäule wurde PSS-SDV, 5 µm, 103 Å (10-7 m), ID 8,0 mm × 50 mm verwendet. Zur Auftrennung wurden die Säulen PSS-SDV, 5 µm, 103 Å (10-7 m), 105 Å (10-5 m) und 106 Å (10-4 m) mit jeweils ID 8,0 mm × 300 mm eingesetzt. Die Probenkonzentration betrug 4 g/l, die Durchflussmenge 1,0 ml pro Minute. Es wurde gegen PMMA-Standards gemessen.

Feststoffgehalt

[0074] Der Feststoffgehalt ist ein Maß für den Anteil an nicht verdampfbaren Bestandteilen in einer Polymerlösung. Er wird gravimetrisch bestimmt, indem man die Lösung einwiegt, dann für 2 Stunden bei 120 °C im Trockenschrank die verdampfbaren Anteile abdampft und den Rückstand zurückwiegt.

K-Wert (nach FIKENTSCHER)

[0075] Der K-Wert ist ein Maß für die durchschnittliche Molekülgröße hochpolymerer Stoffe. Zur Messung wurden einprozentige (1g/100 ml) toluolische Polymerlösungen herstellt und mit Hilfe eines VOGEL-OSSAG-Viskositmeters deren kinematische Viskositäten bestimmt. Nach Normierung auf die Viskosität des Toluols wird die relative Viskosität erhalten, aus der sich nach FIKENTSCHER der K-Wert errechnen lässt (Polymer 8/1967, 381 ff.)

[0076] Folgende Substrate (Untergründe, auf die zunächst der Primer aufgetragen und darauf anschließend das Klebeband aufgeklebt wurde) wurden verwendet:

a) Glasprüfkörper (Firma Rocholl GmbH)
b) Keramikkachel (Baumarkt)

[0077] Die Klebebänder (Testklebebänder), mit denen der Primer geprüft wurde, basierten auf Polyacrylat-Haftklebstoffen. Zur Herstellung dieser Polyacrylat-Haftklebstoffe wurden die folgenden Rohstoffe verwendet:

Chemische Verbindung	Handelsname	Hersteller oder Lieferant	CAS-Nr.
Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat	Perkadox 16	Akzo Nobel	15520-11-3
2,2'-Azobis(2-methylpropionitril), AIBN	Vazo 64	DuPont	78-67-1
2,2'-Azobis(2-methylbutyronitrile)	Vazo 67	DuPont	13472-08-7
Pentaerythrittetraglycidether	Polypox R16	UPPC AG	3126-63-4
3,4-Epoxycyclohexylmethyl-3,4-epoxycyclohexancarboxylat	Uvacure 1500	Cytec Industries Inc.	2386-87-0
Triethylentetramin	Epikure 925	Hexion Speciality Chemicals	112-24-3
Mikroballons (MB) (trocken-unexpandierte Mikrosphären, Durchmesser 9 bis 15 µm, Expansions-Starttemperatur 106 bis 111 °C, TMA-Dichte ≤ 25 kg/m^3)	Expancel 051 DU 40	Expancel Nobel Industries	

Terpenphenolharz (Erweichungspunkt 110 °C; Mw = 500 bis 800 g/mol; D = 1, 50)	Dertophene T110	DRT resins	25359-84-6
Acrylsäure-n-Butylester	n-Butylacrylat	Rohm & Haas	141-32-2
Acrylsäure	Acrylsäure rein	BASF	79-10-7
2-Ethylhexylacrylat		Brenntag	103-11-7
Methylacrylat		BASF	96-33-3

[0078] Die Expansionsfähigkeit der Mikroballons kann durch die Bestimmung der TMA-Dichte [kg/m^3] beschrieben werden (Stare Thermal Analysis System der Firma Mettler Toledo; Heizrate 20 °C/min). Die TMA-Dichte ist hierbei die minimal erreichbare Dichte bei einer bestimmten Temperatur T_{max} unter Normaldruck, bevor die Mikroballons kollabieren.

[0079] Die Bestimmung des Erweichungspunktes der Harze erfolgt nach DIN ISO 4625.

[0080] Weiterhin wurden die folgenden Lösemittel zur Herstellung der in den Testklebebändern enthaltenen Polyacrylat-Haftklebstoffe verwendet:

Bezeichnung	CAS-Nr.	Hersteller
Spezialbenzin 60/95 oder Naphtha (Erdöl) mit Wasserstoff behandelte leichte	64742-49-0	Shell, Exxon
Aceton	67-64-1	Shell
Isopropanol	67-63-0	Shell

Testklebeband 1

[0081] Ein beispielhafter Polyacrylat-Haftklebstoff 1 zur Herstellung des Testklebebandes 1 wurde wie folgt hergestellt: Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller Reaktor wurde mit 54,4 kg 2-Ethylhexylacrylat, 20,0 kg Methylacrylat, 5,6 kg Acrylsäure und 53,3 kg Aceton/Isopropanol (94:6) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 40 g Vazo 67, gelöst in 400 g Aceton, hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h wurden erneut 40 g Vazo 67, gelöst in 400 g Aceton, zugegeben und nach 4 h wurde mit 10 kg Aceton/Isopropanol-Gemisch (94:6) verdünnt.

[0082] Nach 5h sowie nach 7 h wurde jeweils mit 120 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)-peroxydicarbonat, jeweils gelöst in 400 g Aceton, nachinitiiert. Nach 22 h Reaktionszeit wurde die Polymerisation abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Produkt hatte einen Feststoffgehalt von 55,9 % und wurde in einem Aufkonzentrationsextruder bei Unterdruck vom Lösemittel befreit (Restlösemittelgehalt ≤ 0,3 Masseprozent). Das resultierende Polyacrylat hatte einen K-Wert von 58,8, ein mittleres Molekulargewicht von Mw = 746.000 g/mol, eine Polydispersität von D (Mw/Mn) = 8,9 und eine statische Glasübergangstemperatur von T_g = –35,6 °C.

[0083] Dieses Basispolymer wurde in einem Fütterextruder (Einschneckenförderextruder der Firma TROESTER GmbH & Co KG, Deutschland) aufgeschmolzen und mit diesem als Polymerschmelze über einen beheizbaren Schlauch in einen Planetwalzenextruder der Firma Entex (Bochum) gefördert. Über eine Dosieröffnung wurde nun das geschmolzene Harz Dertophene T 110 zugegeben, so dass eine Konzentration des Harzes in der Schmelze von 28,3 Masseprozent entstand. Weiterhin wurde der Vernetzer Polypox R16 hinzugefügt. Seine Konzentration in der Schmelze betrug 0,14 Masseprozent. Alle Komponenten wurden zu einer homogenen Polymerschmelze gemischt.

[0084] Mittels einer Schmelzepumpe und eines beheizbaren Schlauches wurde die Polymerschmelze in einen Doppelschneckenextruder (Firma Berstorff) überführt. Dort wurde der Beschleuniger Epikure 925 hinzugefügt. Seine Konzentration in der Schmelze betrug 0,14 Masseprozent. Anschließend wurde die gesamte Polymermischung in einem Vakuumdom bei einem Druck von 175 mbar von allen Gaseinschlüssen befreit. Im Anschluss an die Vakuumzone wurden die Mikroballons zudosiert und mittels eines Mischelements homogen in die Polymermischung eingearbeitet. Ihre Konzentration in der Schmelze betrug 0,7 Masseprozent. Die entstandene Schmelzmischung wurde in eine Düse überführt.

[0085] Nach Verlassen der Düse, also nach Druckabfall, expandierten die eingearbeiteten Mikroballons, wobei durch den Druckabfall eine scherungsfreie Abkühlung der Polymermasse erfolgte. Es entstand ein geschäumter Polyacrylat-Haftklebstoff, welcher anschließend mittels eines Walzenkalanders bahnförmig in einer Dicke von 0,8 mm ausgeformt und mit einer beidseitig silikonisierte Trennfolie (50 µm Polyester) eingedeckt wurde, währenddessen die chemische Vernetzungsreaktion voran schritt. Der aufgewickelte Film wurde vier Wochen bei Raumtemperatur gelagert, bevor er weiter für die Primerprüfung verwendet wurde. Der aufgewickelte Film ist das Testklebeband 1.

Testklebeband 2

[0086] Ein beispielhafter Polyacrylat-Haftklebstoff 2A zur Herstellung der mittleren Schicht des dreischichtigen Testklebebandes 2 wurde wie folgt hergestellt:
Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller Reaktor wurde mit 30,0 kg 2-Ethylhexylacrylat, 67,0 kg Butylacrylat, 3,0 kg Acrylsäure und 66,7 kg Aceton/ Isopropanol (96:4) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 50 g Vazo 67, gelöst in 500 g Aceton, hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 70 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h wurden erneut 50 g Vazo 67, gelöst in 500 g Aceton, zugegeben und nach 2 h mit 10 kg Aceton/Isopropanol-Gemisch (96:4) verdünnt. Nach 5,5 h wurden 150 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat, gelöst in 500 g Aceton, zugegeben; nach 6 h 30 min wurde erneut mit 10 kg Aceton/Isopropanol-Gemisch (96:4) verdünnt. Nach 7 h wurden weitere 150 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat, gelöst in 500 g Aceton, zugegeben und das Heizbad auf eine Temperatur von 60 °C eingeregelt.

[0087] Nach 22 h Reaktionszeit wurde die Polymerisation abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Produkt hatte einen Feststoffgehalt von 50,2 % und wurde getrocknet. Das resultierende Polyacrylat hatte einen K-Wert von 75,2, ein mittleres Molekulargewicht von Mw = 1 370 000 g/mol, eine Polydispersität von D (Mw/Mn) = 17,13 und eine statische Glasübergangstemperatur von Tg = –38.0 °C.

[0088] Dieses Basispolymer wurde in einem Fütterextruder (Einschneckenförderextruder der Firma TROESTER GmbH & Co KG, Deutschland) aufgeschmolzen und mit diesem als Polymerschmelze über einen beheizbaren Schlauch in einen Planetwalzenextruder der Firma Entex (Bochum) gefördert. Über eine Dosieröffnung wurde nun der Vernetzer Polypox R16 hinzugefügt. Seine Konzentration in der Schmelze betrug 0,22 Masseprozent. Alle Komponenten wurden zu einer homogenen Polymerschmelze gemischt.

[0089] Mittels einer Schmelzepumpe und eines beheizbaren Schlauches wurde die Polymerschmelze in einen Doppelschneckenextruder (Firma Berstorff) überführt. Dort wurde der Beschleuniger Epikure 925 hinzugefügt. Seine Konzentration in der Schmelze betrug 0,14 Masseprozent. Anschließend wurde die gesamte Polymermischung in einem Vakuumdom bei einem Druck von 175 mbar von allen Gaseinschlüssen befreit. Im Anschluss an die Vakuumzone wurden die Mikroballons zudosiert und mittels eines Mischelements homogen in die Polymermischung eingearbeitet. Ihre Konzentration in der Schmelze betrug 2,0 Masseprozent. Die entstandene Schmelzmischung wurde in eine Düse überführt.

[0090] Nach Verlassen der Düse, also nach Druckabfall, expandierten die eingearbeiteten Mikroballons, wobei durch den Druckabfall eine scherungsfreie Abkühlung der Polymermasse erfolgte. Es entstand der geschäumte Polyacrylat-Haftklebstoff 2A, welcher anschließend mittels eines Walzenkalanders bahnförmig in einer Dicke von 0,8 mm ausgeformt und mit einer beidseitig silikonisierte Trennfolie (50 µm Polyester) eingedeckt wurde, währenddessen die chemische Vernetzungsreaktion voran schritt. Der aufgewickelte Film wurde vor der Weiterverarbeitung (siehe unten) einen Tag bei Raumtemperatur gelagert.

[0091] Ein beispielhafter Polyacrylat-Haftklebstoff 2B zur Herstellung der beiden äußeren Schichten des dreischichtigen Testklebebandes 2 wurde wie folgt hergestellt:
Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 100 L-Glasreaktor wurde mit 4,8 kg Acrylsäure, 11,6 kg Butylacrylat, 23,6 kg 2-Ethylhexylacrylat und 26,7 kg Aceton/ Spezielbenzin 60/95 (1:1) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 30 g AIBN hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurden wiederum 30 g AIBN hinzugegeben. Nach 4 und 8 h wurde mit jeweils 10,0 kg Aceton/Spezialbenzin 60/95 (1:1) Gemisch verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8h und nach 10 h jeweils 90 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Anschließend wurde das Polyacrylat mit 0,2 Masseprozent des Vernetzers Uvacure® 1500 abgemischt, auf einen

Feststoffgehalt von 30 % mit Aceton verdünnt und dann aus Lösung auf eine beidseitig silikonisierte Trennfolie (50 µm Polyester) beschichtet. (Beschichtungsgeschwindigkeit 2,5 m/min, Trockenkanal 15 m, Temperaturen Zone 1: 40 °C, Zone 2: 70 °C, Zone 3: 95 °C, Zone 4: 105 °C). Die Dicke betrug 50 µm. Der aufgewickelte Film wurde zwei Tage bei Raumtemperatur gelagert, bevor er weiter für die Herstellung des Testklebebandes 2 verwendet wurde.

[0092] Auf den geschäumten Film des Polyacrylat-Haftklebstoffs 2A wurde beidseitig ein Film des Polyacrylat-Haftklebstoffs 2B kaschiert. Unmittelbar vor dem Zukaschieren des Films des Polyacrylat-Haftklebstoffs 2B zu dem geschäumten Film des Polyacrylat-Haftklebstoffs 2A wurde die jeweils zu kaschierende Oberfläche des Films des Polyacrylat-Haftklebstoffs 2A bei einer Corona-Dosis von 35 Wmin/m^2 luftcorona-vorbehandelt. Vor der zweiten Kaschierung wurde die beidseitig silikonisierte Trennfolie des geschäumten Polyacrylat-Haftklebstoffs 2A ausgedeckt. Nach der zweiten Kaschierung wurde auch eine der beidseitig silikonisierten Trennfolien der beiden geschäumten Polyacrylat-Haftklebstoffe 2B ausgedeckt. Der dreischichtige Verbund aus Polyacrylat-Haftklebstoff 2B / Polyacrylat-Haftklebstoff 2A / Polyacrylat-Haftklebstoff 2B wurde aufgewickelt und vier Wochen bei Raumtemperatur gelagert, bevor er weiter für die Primerprüfung verwendet wurde. Der aufgewickelte Verbund ist das Testklebeband 2.

[0093] Die beispielhaft in ihrer Zusammensetzung und Herstellmethodik beschriebenen Polyacrylat-Haftklebstoffe sind in DE 10 2010 062 669 ausführlich beschrieben. Der Offenbarungsgehalt dieser Schrift sei explizit in den Offenbarungsgehalt dieser Erfindung eingebunden.

[0094] Zur Herstellung des erfindungsgemäß im Primer enthaltenen Copolymerisats wurden die folgenden Rohstoffe verwendet:

Chemische Verbindung	Handelsname	Hersteller	CAS-Nr.
N-Vinylcaprolactam		Sigma-Aldrich	2235-00-9
N-Vinyl-2-pyrrolidon		Sigma-Aldrich	88-12-0
Acrylsäure-n-Butylester	n-Butylacrylat	Rohm & Haas	141-32-2
2-Ethylhexylacrylat		Brenntag	103-11-7
Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxy-dicarbonat	Perkadox 16	Akzo Nobel	15520-11-3
2,2‘-Azobis(2-methylpropionitril), AIBN	Vazo 64	DuPont	78-67-1

[0095] Weiterhin wurden die folgenden Lösemittel zur Herstellung des erfindungsgemäß im Primer enthaltenen Copolymerisats verwendet:

Bezeichnung	CAS-Nr.	Hersteller
Spezialbenzin 60/95 oder Naphtha (Erdöl) mit Wasserstoff behandelte leichte	64742-49-0	Shell, Exxon
Aceton	67-64-1	Shell

[0096] Polyacrylat-Haftklebstoffe zur Verwendung als Bestandteil im erfindungsgemäßen Primer wurden wie folgt hergestellt:

Primer-Haftklebstoff 1

[0097] Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 100 L-Glasreaktor wurde mit 12,0 kg N-Vinylcaprolactam, 28,0 kg Butylacrylat und 26,7 kg Aceton/ Spezialbenzin 60/95 (1:1) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 30 g AIBN hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurden wiederum 30 g AIBN hinzugegeben. Nach 4 und 8 h wurde mit jeweils 10,0 kg Aceton/Spezialbenzin 60/95 (1:1) Gemisch verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8h und nach 10 h jeweils 90 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Polyacrylat wurde auf einen Feststoffgehalt von 40,0 Masseprozent mit Aceton verdünnt. Die so erhaltene Lösung ist der Primer-Haftklebstoff 1.

Primer-Haftklebstoff 2

[0098] Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 100 L-Glasreaktor wurde mit 8,0 kg N-Vinylcaprolactam, 32,0 kg 2-Ethylhexylacrylat und 26,7 kg Aceton/ Spezialbenzin 60/95 (1:1) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 30 g AIBN hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurden wiederum 30 g AIBN hinzugegeben. Nach 4 und 8 h wurde mit jeweils 10,0 kg Aceton/Spezialbenzin 60/95 (1:1) Gemisch verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8h und nach 10 h jeweils 90 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Polyacrylat wurde auf einen Feststoffgehalt von 40,0 Masseprozent mit Aceton verdünnt. Die so erhaltene Lösung ist der Primer-Haftklebstoff 2.

Primer-Haftklebstoff 3

[0099] Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 100 L-Glasreaktor wurde mit 8,0 kg N-Vinyl-2-pyrrolidon, 32 kg Butylacrylat, und 26,7 kg Aceton/ Spezialbenzin 60/95 (1:1) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 30 g AIBN hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurden wiederum 30 g AIBN hinzugegeben. Nach 4 und 8 h wurde mit jeweils 10,0 kg Aceton/Spezialbenzin 60/95 (1:1) Gemisch verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8h und nach 10 h jeweils 90 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Polyacrylat wurde auf einen Feststoffgehalt von 40,0 Masseprozent mit Aceton verdünnt. Die so erhaltene Lösung ist der Primer-Haftklebstoff 3.

Primer-Haftklebstoff 4 für ein Vergleichsbeispiel

[0100] Ein für radikalische Polymerisationen konventioneller 100 L-Glasreaktor wurde mit 15,4 kg Butylacrylat, 24,4 kg 2-Ethylhexylacrylat und 26,7 kg Aceton/ Spezialbenzin 60/95 (1:1) befüllt. Nach 45minütiger Durchleitung von Stickstoffgas unter Rühren wurde der Reaktor auf 58 °C hochgeheizt und 30 g AIBN hinzugegeben. Anschließend wurde das äußere Heizbad auf 75 °C erwärmt und die Reaktion konstant bei dieser Außentemperatur durchgeführt. Nach 1 h Reaktionszeit wurden wiederum 30 g AIBN hinzugegeben. Nach 4 und 8 h wurde mit jeweils 10,0 kg Aceton/Spezialbenzin 60/95 (1:1) Gemisch verdünnt. Zur Reduktion der Restinitiatoren wurden nach 8h und nach 10 h jeweils 90 g Bis-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonat hinzugegeben. Die Reaktion wurde nach 24 h Reaktionszeit abgebrochen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Polyacrylat wurde auf einen Feststoffgehalt von 40,0 Masseprozent mit Aceton verdünnt. Die so erhaltene Lösung ist der Primer-Haftklebstoff 4. Die Primer-Haftklbstoffe 1 bis 4 wurden kurz per DMA-Messungen charakterisiert. Die G‘- und G‘‘-Kurven der Primer-Haftklebstoffe 1 bis 4 lagen im Deformationsfrequenzbereich von 10^0 bis 10^1 rad/sec bei 23 °C stets zumindest zum Teil im Bereich von 10^3 bis 10^7 Pa.

[0101] Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Primer wurden die hinsichtlich ihrer Herstellung und Zusammensetzung oben beschriebenen Primer-Haftklebstoffe sowie die folgenden Rohstoffe verwendet:

Chemische Verbindung/ Beschreibung (Herstellerangaben)	Handelsname	Hersteller oder Lieferant	CAS-Nr.
3-Glydicoxypropyltrimethoxysilan	Geniosil® GF 80	Wacker Chemie	2530-83-8
Vinyltrimethoxysilan	Geniosil® XL 10	Wacker Chemie	2768-02-7
Titantetraisopropanolat	Tyzor® TPT	Lehmann & Voß	546-68-9
Tetra-n-butyl-Titanat	Tyzor® TnBT	Lehmann & Voß	5593-70-4
Bis(acetylacetonato-isobutyl-isopropyl-Titanat	Tyzor® AA-95	Lehmann & Voß	97281-09-9
Tetra-n-Butyl-Zirkonat	Tyzor® NBZ	Lehmann & Voß	1071-76-7
Tosylisocyanat	Additiv TI®	OMG Borchers	4083-64-1

[0102] Weiterhin wurde zusätzlich zu den in den Primer-Haftklebstoffen enthaltenen Lösemitteln das folgende Lösemittel zur Herstellung der erfindungsgemäßen Primer verwendet:

Bezeichnung	CAS-Nr.	Hersteller oder Lieferant
Ethylacetat	141-78-6	Brenntag

[0103] Die folgenden Pigmente und funktionalen Füllstoffe wurden beispielhaft in die Primer eingearbeitet:

Chemische Verbindung/ Beschreibung (Herstellerangaben)	Handelsname	Hersteller oder Lieferant	CAS-Nr.
Furnace-Ruß	Printex® 60	Orion	1333-86-4
Furnace-Ruß	Printex® 3	Orion	1333-86-4
Kupferchromitschwarzspinell C.I. Pigment Black 28	Black 30C965®	Shepherd	68186-91-4

[0104] Dazu wurden in einigen Fällen noch die folgenden rheologischen Additive als Hilfsstoffe verwendet:

Beschreibung (Herstellerangaben)	Handelsname	Hersteller oder Lieferant
Thixotropiermittel	Disparlon® A 603-20X	Erbslöh
Thixotropiermittel	Tixogel® MPZ	Byk

[0105] Weiterhin wurde noch der folgende fluoreszierende optische Aufheller verwendet:

Chemische Verbindung/ Beschreibung (Herstellerangaben)	Handelsname	Hersteller oder Lieferant	CAS-Nr.
2,5-Thiophendiylbis(5-tert-butyl-1,3-benzoxazol)	Tinopal OB®	BASF	7128-64-5

Beispiele

[0106] Die in den Beispielen angegebenen Rohstoffe/ Komponenten wurden mit einem Laborrührwerk der Firma IKA® unter Verwendung eines Propellerrührers 20 Minuten gemischt.

Beispiel 1

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,7
Ethylacetat	72,4
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® TPT	7,3

[0107] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	64 (K)	62 (K)	62 (K)	59 (K)

1	Keramikkachel	61 (K)	60 (K)	59 (K)	55 (K)
2	Glas	69 (K)	70 (K)	60 (K)	63 (K)
2	Keramikkachel	71 (K)	71 (K)	66 (K)	60 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0108] Die Einarbeitung der genannten Pigmente und rheologischen Additive erfolgte zur Erzielung einer feinkörnigen, blickdichten Primerschicht in allen Beispielen mit dem Labor-Dissolver Ultra-Turrax® T50 der Firma IKA® nach dem Rotor-Stator-Prinzip in der Weise, dass zunächst das Pigment und gegebenenfalls die weiteren rheologischen Additive in die zunächst hergestellte Mischung aus Primer-Haftklebstoff und Ethylacetat eindispergiert wurden und erst anschließend die restlichen Rohstoffe/ Komponenten zugemischt wurden. Der Ultra-Turrax® T50 wurde dabei mit einer Drehgeschwindigkeit von 7000 Umdrehungen pro Minute betrieben. Das Zumischen der restlichen Rohstoffe/ Komponenten erfolgte mit dem Laborrührwerk der Firma IKA® unter Verwendung eines Propellerrührers.

[0109] Die Zusammensetzungen der Pigmente und gegebenenfalls rheologische Additive enthaltenden Primer unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 1 waren wie folgt:

Beispiel 1a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,0
Ethylacetat	69,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® TPT	7,0
Printex® 60	4,0

[0110] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der pigmentfreie Primer aus Beispiel 1 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 1b

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	15,1
Ethylacetat	65,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	2,8
Tyzor® TPT	6,6
Black 30C965®	9,0
Disparlon® A 603-20X	0,5

[0111] Eine 10 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%.

[0112] Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 1 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 2

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 2 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	18,8
Ethylacetat	70,3
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® TPT	7,3

[0113] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Test-klebe-band	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klima-wechsel
1	Glas	60 (K)	60 (K)	60 (K)	58 (K)
1	Keramikkachel	62 (K)	63 (K)	59 (K)	57 (K)
2	Glas	70 (K)	69 (K)	61 (K)	62 (K)
2	Keramikkachel	72 (K)	73 (K)	60 (K)	58 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0114] Die Zusammensetzungen der Farbpigmente und gegebenenfalls rheologische Additive enthaltenden Primer unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 2 waren wie folgt:

Beispiel 2a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 2 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	18,0
Ethylacetat	67,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® TPT	7,0
Printex® 3	4,0

[0115] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 2 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 2b

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 2 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	17,0
Ethylacetat	63,6
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	2,8
Tyzor® TPT	6,6
Black 30C965®	9,0
Tixogel® MPZ	0,5

[0116] Eine 10 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 2 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 3

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 3 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	18,8
Ethylacetat	70,3
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® TPT	7,3

[0117] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	64 (K)	65 (K)	59 (K)	60 (K)
1	Keramikkachel	63 (K)	63 (K)	58 (K)	62 (K)
2	Glas	68 (K)	70 (K)	60 (K)	64 (K)
2	Keramikkachel	70 (K)	69 (K)	61 (K)	59 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0118] Die Zusammensetzungen der Farbpigmente und gegebenenfalls rheologische Additive enthaltenden Primer unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 3 waren wie folgt:

Beispiel 3a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 3 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	18,0
Ethylacetat	67,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® TPT	7,0
Printex® 3	4,0

[0119] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 3 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 3b

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 3 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	17,0
Ethylacetat	63,6
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	2,8
Tyzor® TPT	6,6
Black 30C965®	9,0
Tixogel® MPZ	0,5

[0120] Eine 10 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 3 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 4

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,8
Ethylacetat	72,8
Geniosil® XL 10	3,1
Tyzor® TPT	7,3

[0121] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	60 (K)	62 (K)	55 (K)	61 (K)
1	Keramikkachel	60 (K)	61 (K)	59 (K)	60 (K)
2	Glas	65 (K)	66 (K)	62 (K)	62 (K)
2	Keramikkachel	69 (K)	69 (K)	63 (K)	58 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0122] Die Zusammensetzung des Farbpigmente enthaltenden Primers unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 4 war wie folgt:

Beispiel 4a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,1
Ethylacetat	69,9
Geniosil® XL 10	3,0
Tyzor® TPT	7,0
Printex® 60	4,0

[0123] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 4 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 5

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,7
Ethylacetat	72,4
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® TnBT	7,3

[0124] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	62 (K)	64 (K)	59 (K)	59 (K)

1	Keramikkachel	63 (K)	65 (K)	57 (K)	56 (K)
2	Glas	66 (K)	68 (K)	61 (K)	61 (K)
2	Keramikkachel	69 (K)	70 (K)	62 (K)	64 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0125] Die Zusammensetzung des Farbpigmente enthaltenden Primers unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 5 war wie folgt:

Beispiel 5a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,0
Ethylacetat	69,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® TnBT	7,0
Printex® 60	4,0

[0126] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 5 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 6

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,7
Ethylacetat	72,4
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® AA-95	7,3

[0127] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	64 (K)	65 (K)	55 (K)	60 (K)
1	Keramikkachel	60 (K)	65 (K)	54 (K)	58 (K)
2	Glas	69 (K)	69 (K)	60 (K)	63 (K)
2	Keramikkachel	70 (K)	72 (K)	63 (K)	66 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0128] Die Zusammensetzung des Farbpigmente enthaltenden Primers unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 6 war wie folgt:

Beispiel 6a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,0
Ethylacetat	69,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® AA-95	7,0
Printex® 60	4,0

[0129] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 6 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

Beispiel 7

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,7
Ethylacetat	72,4
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® NBZ	7,3

[0130] Der Primer wurde mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)		Klebkraft nach Klimalagerung (300 mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen	a) 2 Wo 85°C/ 85% rel. Feuchte	b) 2 Wo Klimawechsel
1	Glas	64 (K)	68 (K)	64 (K)	60 (K)
1	Keramikkachel	65 (K)	70 (K)	60 (K)	62 (K)
2	Glas	64 (K)	67 (K)	64 (K)	60 (K)
2	Keramikkachel	66 (K)	69 (K)	60 (K)	63 (K)

K = Kohäsive Spaltung des Klebebandes

[0131] Die Zusammensetzung des Farbpigmente enthaltenden Primers unter Beibehaltung der grundlegenden Primer-Zusammensetzung aus Beispiel 7 war wie folgt:

Beispiel 7a

Zusammensetzung des Primers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 1 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,0
Ethylacetat	69,5
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,0
Tyzor® NBZ	7,0
Printex® 60	4,0

[0132] Eine 8 µm dicke Schicht dieses Primers auf Glas war blickdicht. Die Transmission im Wellenlängenbereich von 300 nm bis 650 nm betrug 0%. Der Primer wurde in gleicher Weise mit den gleichen Testklebebändern wie der farbpigmentfreie Primer aus Beispiel 7 geprüft, wobei die gleichen Ergebnisse erhalten wurden, das heißt, in allen Fällen spaltete das Testklebeband kohäsiv.

[0133] Weiterhin war es möglich, den fluoreszierenden optischen Aufheller in einer funktionalen Konzentration in allen Beispielen einzuarbeiten, ohne dass es zu Einbußen hinsichtlich der haftvermittelnden Wirkung kam. Diese funktionale Konzentration wurde mit 1,5 Masseprozent, bezogen auf den lösemittelfreien Anteil des Primers gewählt.

Vergleichsbeispiel

Zusammensetzung des Vergleichsprimers:

Rohstoff / Komponente	Masseprozent
Primer-Haftklebstoff 4 (40,0 Masseprozent Feststoffanteil)	16,7
Ethylacetat	72,4
Additiv TI®	0,5
Geniosil® GF 80	3,1
Tyzor® TPT	7,3

[0134] Der Primer wurde in folgender Weise mit den Testklebebändern geprüft, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

Testklebeband	Substrat	Klebkraft (300mm/min) (N/cm)	
		nach 30 Minuten	nach 3 Tagen
1	Glas	8 (A)	20 (A)
1	Keramikkachel	13 (A)	16 (A)
2	Glas	7 (A)	15 (A)
2	Keramikkachel	12 (A)	22 (A)

K = Adhäsive Ablösung des Klebebandes

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- WO 2008/094721 A1 [0004]
- JP 2008-156566 A [0005]
- WO 02/100961 A1 [0006]
- WO 03/052021 A1 [0007]
- EP 833865 B1 [0008]
- EP 833866 B1 [0008]
- EP 739383 B1 [0008]
- US 5602202 [0008]
- DE 102011077510 A1 [0009]
- DE 102009007930 A1 [0011]
- DE 102007030196 A1 [0011]
- EP 577014 [0011]
- EP 1693350 A1 [0011]
- EP 1730247 A1 [0011]
- US 20080245271 A [0011]
- US 2008023425 A [0011]
- WO 2008/025846 A2 [0011]
- US 6646048 B2 [0014, 0014]
- DE 102010062669 [0093]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- J. Bielemann, Lackadditive (1998), Kap. 4.3., S.114–129 [0002]
- DIN EN ISO 4618 [0025]
- DIN 53765 [0072]
- DIN 53765: 1994-03 [0072]
- DIN ISO 4625 [0079]

Patentansprüche

1. Primer, umfassend eine in einem oder mehreren Lösemitteln gelöste oder dispergierte Mischung G aus
– mindestens einem Copolymerisat, erhalten durch Copolymerisation einer Monomerenmischung, umfassend zu mindestens 90 Gew.-% die folgenden Monomere:
Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon und eines oder mehrere der Monomere a) und/oder b):
a) Acrylsäureester eines linearen, primären Alkohols mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
b) Acrylsäureester eines verzweigten, nichtzyklischen Alkohols mit 3 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkylrest des Alkohols,
– mindestens einem organofunktionellen Silan der allgemeinen Struktur (I)

$$(R^1O\text{-})_xSi(R^2)_y(R^3)_z \quad (I),$$

worin
die Reste R^1 unabhängig voneinander für einen C_1-C_4-Alkylrest, einen C_2-C_6-Alkoxyalkylrest oder einen Acetylrest stehen;
der Rest R^2 für einen Aminoalkylrest, eine Vinylgruppe, einen Methacryloxyalkylrest, einen Isocyanatoalkylrest, einen O-Methylcarbamatoalkylrest, einen Glycidoxyalkylrest oder einen Phenylrest steht;
die Reste R^3 unabhängig voneinander für einen C_1-C_{18}-Alkylrest stehen und $x = 1, 2$ oder 3; $y = 0$ oder 1 und $z = 4 – x – y$ ist;
– mindestens einer Metallverbindung ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Metallacetylacetonaten, Metallalkoxiden und Alkoxy-Metallacetylacetonaten.

2. Primer gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass das Copolymerisat ein Haftklebstoff ist.

3. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Summe der Gewichtsanteile von Vinylcaprolactam und Vinylpyrrolidon an der Monomerenmischung maximal 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung, beträgt.

4. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Monomerenmischung mindestens 10 Gew.-% Vinylcaprolactam und/oder Vinylpyrrolidon, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung, enthält.

5. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Monomerenmischung maximal 1 Gew.-% Acrylsäure, bezogen auf das Gesamtgewicht der Monomerenmischung, enthält.

6. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Monomerenmischung n-Butylacrylat enthält.

7. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass der Gewichtsanteil der Gesamtheit aller Metallverbindungen in der Mischung G höher ist als der Gewichtsanteil der Gesamtheit aller organofunktionellen Silane der allgemeinen Struktur (I).

8. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass das Metall der Metallverbindung ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titan, Aluminium, Zirkonium, Zink und Eisen ist.

9. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass der Rest R^2 in der allgemeinen Struktur (I) ein Glycidoxyalkylrest und $y = 1$ ist.

10. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass dem Primer während seiner Herstellung Tosylisocyanat (CAS-Nr. 4083-64-1) zugemischt wurde.

11. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Konzentration des Copolymerisats, bezogen auf das Gesamtgewicht des Primers, von einschließlich 1 Gew.-% bis einschließlich 30 Gew.-% beträgt.

12. Primer gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,** dass der Primer einen oder mehrere fluoreszierende optische Aufheller enthält.

13. Verwendung eines Primers gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche zur Herstellung einer haftvermittelnden Schicht.

14. Verfahren zum Herstellen einer haftvermittelnden Schicht auf einem Substrat, umfassend das Aufbringen eines Primers gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 auf ein Substrat und das Entfernen des einen oder der mehreren Lösemittel.

Es folgen keine Zeichnungen