



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 047 643** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) МПК⁶ **C 09 K 9/02, C 09 B 57/12, G 02 B 5/30**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 93027586/04, 21.05.1993

(46) Дата публикации: 10.11.1995

(56) Ссылки: Патент СССР N 1635538, кл. C 09B 57/12, 1980. Патент США n 2544659, кл.254-50,3, 1951.

(71) Заявитель:

Хан И.Г.,
Бобров Ю.А.,
Быков В.А.,
Ворожцов Г.Н.,
Иванова Т.Д.

(72) Изобретатель: Хан И.Г.,
Бобров Ю.А., Быков В.А., Ворожцов
Г.Н., Иванова Т.Д., Игнатов Л.Я., Попов
С.И., Шишкина Е.Ю.

(73) Патентообладатель:
Хан Ир Гвон

(71) Заявитель (прод.):
Игнатов Л.Я., Попов С.И., Шишкина Е.Ю.

(54) МАТЕРИАЛ ДЛЯ ПОЛЯРИЗУЮЩИХ ПОКРЫТИЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к материалам для получения сверхтонких, цветных, термостабильных поляризующих покрытий (ПП), которые могут быть использованы в оптике для изготовления устройств отображения информации, производстве поляроидных пленок на полимерной основе, поляризующих стекол для строительной и автомобильной промышленности. Материал содержит компоненты, мас. пленкообразующий компонент-органические красители типа I VI или их смеси 5,0 20,0; смешивающиеся с водой низкомолекулярные органические растворители 0,1 9,0;

антиоксиданты 0,01 1,0 и/или ингибиторы 0,01 1,0; поверхностно-активные вещества 0,15 2,0; вода остальное. Применение заявляемого материала позволяет получать ПП на любых поверхностях, как на гидрофильных, так и на гидрофобных без их ориентации за счет натирания, совместить в одну стадию ориентирующее воздействие с нанесением, получать светостойкие ПП -5 8 баллов (прототип 1 2 балла), получать термостойкие ПП 200 400°С (прототип 180°С), получать ПП с хорошими поляроидными характеристиками дихроичное отношение 10 27. 2 табл.

RU 2 047 643 C1

RU 2 047 643 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 047 643** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.⁶ **C 09 K 9/02, C 09 B 57/12, G
02 B 5/30**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 93027586/04, 21.05.1993

(46) Date of publication: 10.11.1995

(71) Applicant:
Khan I.G.,
Bobrov Ju.A.,
Bykov V.A.,
Vorozhtsov G.N.,
Ivanova T.D.

(72) Inventor: Khan I.G.,
Bobrov Ju.A., Bykov V.A., Vorozhtsov
G.N., Ivanova T.D., Ignatov L.Ja., Popov
S.I., Shishkina E.Ju.

(73) Proprietor:
Khan Ir Gvon

(71) Applicant (cont.):
Ignatov L.Ja., Popov S.I., Shishkina E.Ju.

(54) **MATERIAL FOR POLARIZING COATING**

(57) Abstract:

FIELD: polarizing materials. SUBSTANCE:
material has the following components, wt.
-% film-forming component-organic dyes of
type I-VI or their mixture 5-20,
low-molecular organic solvents mixing with
water 0.1-9.0; antioxidants 0.01-1.0 and/or
inhibitors 0.01-1.0; surface-active
substances 0.15-2.0, and water- the rest.
Use of proposed material ensures to obtain
ПП on any surface both hydrophilic and

hydrophobic ones without their orientation
due friction, to combine for one stage
orienting action with application, to obtain
light-resistance ПП 5-8 points (prototype
1-2 points), to obtain thermostable ПП
200-400 C (prototype 180 C), to obtain ПП
with good Polaroid properties-dichroic ratio
is 10-27. Material is used in building and
automobile industries. EFFECT: enhanced
quality of material. 2 tbl

RU 2 047 643 C1

RU 2 047 643 C1

Изобретение относится к материалам для получения сверхтонких, цветных, термостабильных поляризующих покрытий (ПП), которые могут быть использованы в оптике для изготовления устройств отображения информации, производстве поляроидных пленок на полимерной основе, поляризующих стекол для строительной и автомобильной промышленности.

Известен материал для поляризующих покрытий, включающий пленкообразующий компонент водорастворимый органический краситель и воду [1]

Однако этот материал не позволяет получать ПП на гидрофобных полимерных материалах и пленках. Кроме того, образованный с помощью материала [1] ПП обладают довольно низкой химической устойчивостью к действию некоторых видов клея и лаков, что существенно ограничивает область применения ПП данного типа.

Наиболее близким по технической сущности является известный материал для поляризующих покрытий, включающий водорастворимый органический краситель, смешивающиеся с водой низкомолекулярные органические соединения, поверхностно-активные вещества и воду [2]

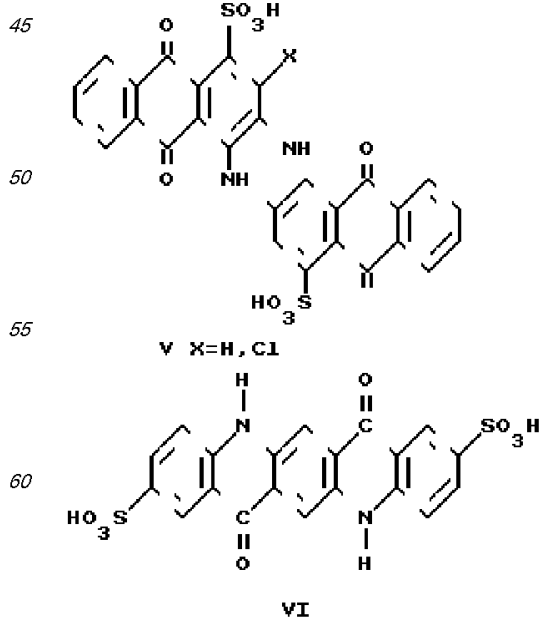
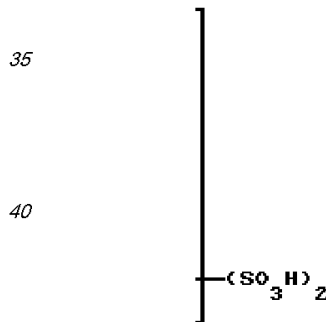
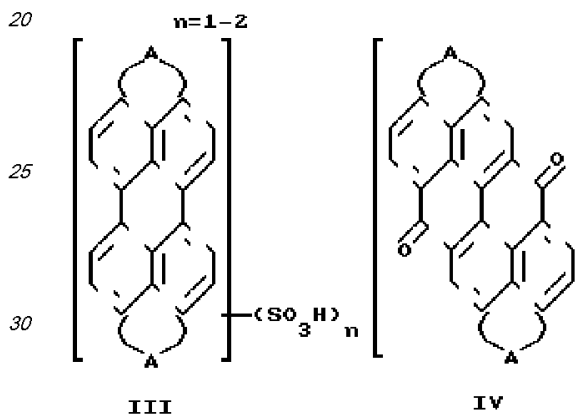
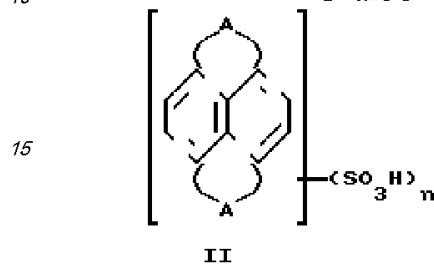
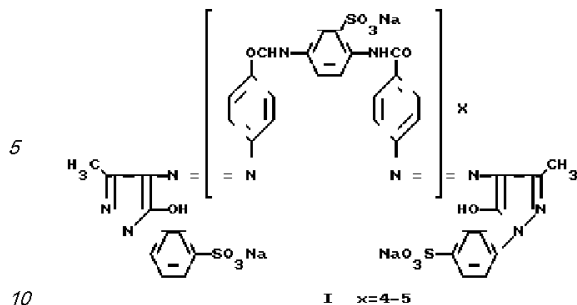
Для получения ПП известный материал [2] наносят на поверхность, которой предварительно должна быть придана анизотропия для ориентации поляризующего материала, для чего она натирается. Переход известного состава в нематическое состояние осуществляется непосредственно на поверхности подложки при испарении растворителя, причем для предотвращения разориентации материала красителя необходимо создание специальных условий.

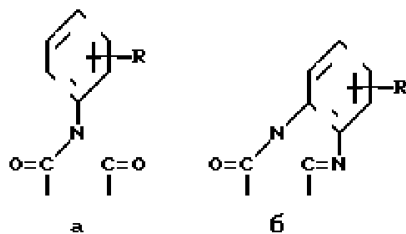
Известный материал обладает рядом недостатков:

ограниченным и неконтролируемым временем перехода из раствора в жидкокристаллическое состояние, а также из нематической фазы в твердое состояние, не позволяет получать покрытие на поверхности без предварительной ориентации поверхности за счет ее натирания; не позволяет совместить в одну стадию ориентирующее воздействие с нанесением; применяемые в материале красители недостаточно светостойки и термостойки, что существенно ограничивает область применения получаемых на их основе поляроидов; низкие поляроидные характеристики образующихся ПП.

Целью изобретения является получение химически устойчивых термо- и светостойких поляризующих покрытий с высокими поляроидными характеристиками.

Поставленная задача достигается тем, что согласно изобретению в материале для ПП в качестве пленкообразующей компоненты используют водорастворимые органические красители, представляющие собой сульфокислоты азо- или полициклических соединений, например, I-VI или их смеси.





R = H, Br, Cl, OH, Alk, OAlk

В материале также дополнительно используют смешивающиеся с водой низкомолекулярные органические растворители (ацетон, спирты или диоксан), антиоксиданты и/или ингибиторы, поверхностно-активные вещества при следующем соотношении компонентов, мас.

Пленкообразующий компонент-органические красители типа I-VI или их смеси 5,0-20,0
Смешивающиеся с водой низкомолекулярные органические растворители 0,1-9,0
Антиоксиданты 0,01-1,0 и/или ингибиторы 0,01-1,0

Поверхностно-активные вещества 0,1-5,2
Вода Остальное

Существенным отличием изобретения является использование в качестве пленкообразующего компонента на гидрофобных поверхностях, в том числе на полимерных материалах и пленках водорастворимых органических красителей типа I-VI или их смесей, которые обеспечивают существование стабильного лиотропного жидкокристаллического состояния (нематической, гексагональной фаз и их смеси) в широком интервале концентраций, температур, значений pH, что позволяет:

наносить ПП на любую поверхность без предварительной ориентации за счет натирания,

совместить в одну стадию ориентирующее воздействие с нанесением,

использовать для заявляемого материала любое типовое оборудование для получения равномерных покрытий.

Красители типа IV являются оригинальными и в литературе не описаны.

Для обеспечения химической устойчивости ПП к действию клеев и лаков в состав вводят добавки антиоксидантов, ингибиторов.

Использование в качестве низкомолекулярных органических растворителей типа ацетона, спиртов, диоксана, понижающих вязкость композиции, обеспечивает малую толщину и равномерность нанесения ПП.

Предлагаемая композиция позволяет формировать не только на гидрофильных, но и на гидрофобных подложках (пластинах монокристаллического кремния, силикатного и органического стекла, на полимерных полиэфирных полиамидных, поликарбонатных и т. п. пленках) цветные сверхтонкие (0,1-5,0 мкм), термостабильные (до 350°C) ПП.

Формирование ПП может производиться любым ориентирующим способом, например, механическим сдвигом в потоке, поливом.

После нанесения сформованную пленку сушат при 20-80°C предпочтительно путем

обдува воздухом или иным инертным газом.

Примеры 1-19. Приготовление композиции для поляризующих покрытий.

В колбу при перемешивании загружают дистиллированную воду, свободный от неорганических солей краситель (I-VI) или их смесь, размешивают при нагревании до полного растворения и получения раствора концентрации 5-20 мас. В случае необходимости излишек воды отгоняют под вакуумом, либо отделяют ультрафильтрацией. Затем к полученной густой пасте при интенсивном помешивании добавляют органический растворитель 0,1-0,9 мас. ПАВ 0,15- 2,0 мас. антиоксидант 0,01-1,0 мас. ингибитор 0,01-1,0 мас.

Количественный состав композиций 1-19 приведен в табл.1. Полученные в примерах 1-19 композиции наносят на чистую поверхность гидрофобного или гидрофильного материала (пластины монокристаллического кремния, силикатного и органического стекла, полимерную пленку) и формируют пленку (ПП) при ориентирующем воздействии, например, поливом, сдвигом и т.д.

После нанесения сформованную пленку сушат при 20-80°C путем обдува воздухом или другим инертным газом.

Характеристики ПП, полученных на полимерных пленках с помощью заявляемых композиций, представлены в табл.2.

Для обеспечения максимального объема пара интервал значений компонентов, входящих в состав ПП, выбран из условия отсутствия за его пределами возможности получения указанного технического результата.

Таким образом, как видно из табл.2 и примеров, заявляемые водорастворимые органические красители типа I-VI или их смеси обеспечивают существование стабильного лиотропного жидкокристаллического состояния в широком интервале концентраций, температур, значений pH, что позволяет:

получать ПП на любых поверхностях, как на гидрофильных, так и на гидрофобных, без их ориентации за счет натирания,

совместить в одну стадию ориентирующее воздействие с нанесением,

получать светостойкие П 5-8 баллов (прототип 1-2 балла),

получать термостойкие ПП 200-400°C (прототип 180°C),

получать ПП с хорошими поляроидными характеристиками дихроичное отношение 10-27 (прототип 3),

использовать для заявляемого материала любое типовое оборудование для получения равномерных покрытий.

Пример получения новых красителей типа IV.

В 100 мл 20% -ного олеума при 20-25°C загружают 35 г дибензимидазола 3,4,9,10-антантронтетракарбоновой кислоты или 1,1'-бинафтил-4,4', 5,5', 8,8'-гексакарбоновой кислоты и выдерживают при 110-115°C в течение 7 ч до получения водорастворимой пробы. Смесь разбавляют водой, образующийся осадок отфильтровывают, промывают соляной кислотой до отсутствия сульфат-анионов и сушат при 80°C.

Получают 36,9 г (88%) соединения формулы IV, A б, R H.
ИК-спектр (прибор UR-20, таблетки с KCl, см⁻¹): 1020, 1065, 1150-1200 (SO₃H), 1650, 1605 (C O).

Найдено, N 6,50; 6,75; S 8,00; 8,33.

C₃₈H₁₄N₄O₁₀S₂ · 4H₂O.

Вычислено, N 6,81; S 7,79.

Аналогичным образом получают сульфокислоту N,N-дифенилдиимида 3,4,9,10-антантронтетракарбоновой кислоты (IV, A A, R H).

Выход 69%

ИК-спектр (прибор UR-20, таблетки с KCl, см⁻¹): 1025, 1060, 1150-1200 (SO₃H), 1650, 1695 (C O).

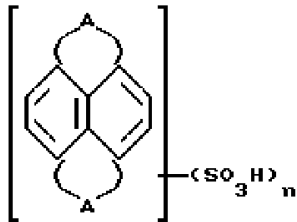
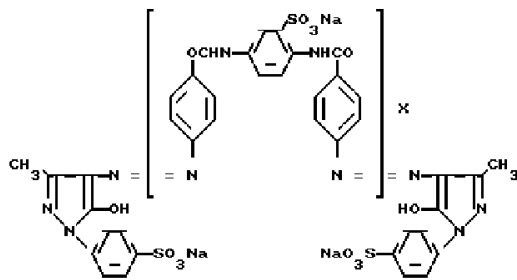
Найдено, N 3,05; 3,23, S 7,50, 7,37.

C₃₈H₁₆N₂O₁₂S₂ · 4H₂O.

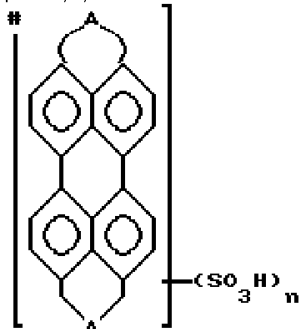
Вычислено, N 3,38; S 7,74.

Формула изобретения:

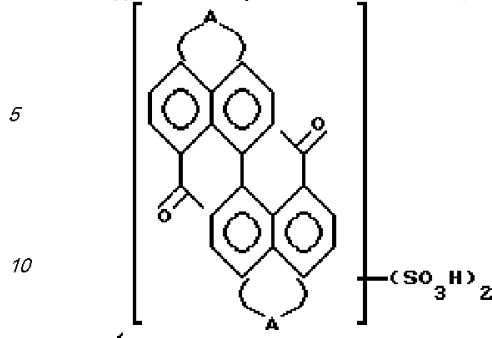
МАТЕРИАЛ ДЛЯ ПОЛЯРИЗУЮЩИХ ПОКРЫТИЙ, включающий пленкообразующую компоненту, смешивающийся с водой низкомолекулярный органический растворитель, поверхностно-активное вещество и воду, отличающийся тем, что в качестве пленкообразующей компоненты он содержит водорастворимый органический краситель сульфокислоту азо- или полициклического соединения общих формул



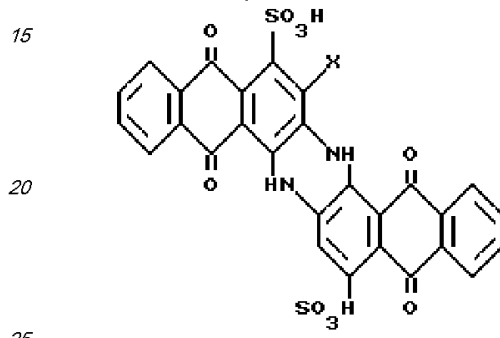
где n-1,2;



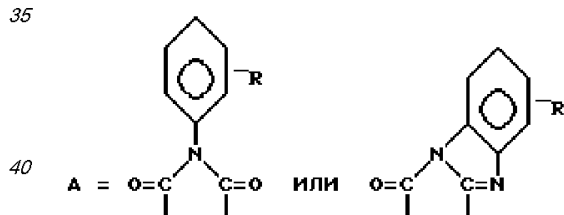
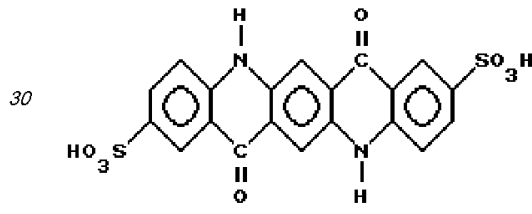
где A имеет указанные значения;



где A имеет указанные значения;



где x-H, Cl;



A = O=C-N(R)-C=O ИЛИ O=C-N(R)-C=N
R- H, Br, Cl, OH, Alk, OAlk;

или их смесь и дополнительно антиоксидант и/или ингибитор при следующем соотношении компонентов, мас.

- Пленкообразующий компонент органический краситель указанных общих формул или их смесь 5-20
- Смешивающийся с водой низкомолекулярный органический растворитель 0,1 9,0
- Антиоксидант 0,01-1,0
- и/или Ингибитор 0,01-1,0
- Поверхностно-активное вещество 0,15-2,0
- Вода Остальное

RU 2047643 C1

RU 2047643 C1

Таблица 1

Состав образцов для получения поляризующего покрытия

Пример	Массовая доля компонентов (вода – остальное)											
	Краситель							ПАВ	Органический растворитель (смешивающ. с водой)	Антиоксидант	Ингибитор	
	I	II	III	IV	V	VI	VII*					
1 (аналог)	-	A=B (цис-транс-смесь) 10,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	-	То же	-	-	-	-	-	0,05-Тритон	1,0-Метанол	0,02-фенилглицин	-	-
3	-	-	-	-	x=H 12,0	-	-	0,3 додецил-сульфонат Na	1,0-Бутанол 3,0 метанол	0,01-гидрохинон	-	-
4	-	-	-	-	x=Cl 12,0	-	-	-	-	-	-	-
5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,01-гидрохинон	-	-
6	-	-	-	-	-	-	-	-	2,0 Диоксан 1,0 Бутанол	-	1,0 2,6-Ди(т-Бу)фе-нол	-
7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,02 фенилглицин	0,01 2,6-Ди(т-Бу)фе-нол	-

Продолжение табл. 1

Пример	Массовая доля компонентов (вода – остальное)										
	Краситель						ПАВ	Органический растворитель (смешивающ. с водой)	Антиоксидант	Ингибитор	
	I	II	III	IV	V	VI					VII*
8	10	-	-	-	-	-	0,1 Додецил-сульфонат Na	2,0 Диоксан 0,5 Бутанол 0,3 Диглим	0,03 Гидрохинон	-	
9	5	-	-	x=Cl 8,0	-	-	0,1 Додецил-сульфонат Na	2,5 Диоксан 0,5 Бутанол 0,2 Целлозольв	1,0 Фенил-глицин 0,02 Фенил-глицин	0,01-2,6-Ди-(t-Bu)фенол	
10	-	-	A=a R=4-OCH ₃ 14,0	-	-	-	0,1 Додецил-сульфонат Na	2,0 Диоксан 1,0 Бутанол	0,01 Гидро-хинон	-	
11	-	-	A=6 R=H 12,0	-	-	-	-	-	-	-	
12	-	-	A=a R=4-OCH ₃ 5,0	-	x=Cl 8,0	-	-	-	-	0,01-2,6-Ди-(t-Bu)фенол	
13	-	A=6 R=H 3,3	-	-	x=Cl 10,0	-	-	-	-	-	
14	-	-	-	-	-	20,0	0,05 Тритон	2,5 Диоксан 0,5 Бутанол 0,3 Диглим	-	-	

Продолжение табл. 1

Пример	Массовая доля компонентов (вода – остальное)										Ингибитор
	Краситель							ПАВ	Органический растворитель (смешивающ. с водой)	Антиоксидант	
	I	II	III	IV	V	VI	VII*				
15	-	-	-	A=6 R=H 12,0	-	-	-	2,0 Додецил-сульфонат Na	2,0 Диоксан 0,5 Бутанол 0,5 Целлозольв	-	0,01-2,6-Ди-(t-Bu)фенол
16	-	-	-	A=a R=4-OCH ₃ 12,0	-	-	-	-	-	-	-
17	-	-	-	A=a R=H 11,0	-	-	-	-	-	-	-
18	-	-	-	A=6 R=4-CH ₃ 10,0	-	-	-	2,0 Додецил-сульфонат Na	2,0 Диоксан 0,5 Бутанол 0,5 Целлозольв	-	0,01-2,6-Ди-(t-Bu)фенол
19	-	-	A=a R=3-CH ₃ 12,0	-	-	-	-	-	-	-	-
Прото-тип	-	-	-	-	-	-	1,0	0,2 Додецил-сульфонат Na	9,0 Метанол	-	-

* Метиленовый голубой

Характеристики поляризующих покрытий, полученных из заявляемых композиций

Пример	Характеристики ПП			Цвет	$\lambda_{\text{макс.}}$, нм	Дихроичное отношение $D_{\text{I}}/D_{\text{II}}$
	Толщина, мкм	Термостабильность, °С	Светостойкость, °С			
1	0,3	365	5	Оранжевый	480	10,0
2	0,3	380	5	—"	480	10,5
3	0,4	380	5–6	Голубой	650	22,0
4	0,4	380	6	—"	630	27,0
5	40,	385	6	—"	630	27,0
6	0,4	385	6	—"	630	27,0
7	0,4	390	6	—"	630	27,0
8	0,2	200	3	Желтый	415	6,5
9	0,5	220	5–6	Зеленый	420	7,0
					645	20,0
10	0,3	380	5	Красный	510	10,0
11	0,4	385	6	Фиолетовый	560	7,0
12	0,5	385	6	—"	500	10,0
					650	20,0
13	0,6	385	5	Серый	490	10,0
					650	18,0
14	0,5	380	5–6	Красный	510	12,0
15	0,6	400	7–8	Серо-фиолетовый	580	12,0
16	0,5	390	7	Серо-зеленый	590	11,0
17	0,5	400	7–8	Серый	600	12,0
18	0,5	400	7-8	Серый	595	11,5
19	0,6	385	5	Красный	515	12,0
Прототип	0,3	180	1–2	Голубой	660	3,0

RU 2047643 C1

RU 2047643 C1