



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2009101472/03, 20.12.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.12.2006

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
20.06.2006 US 11/472,119

(43) Дата публикации заявки: 27.07.2010 Бюл. № 21

(45) Опубликовано: 27.04.2011 Бюл. № 12

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: EP 0604815 A2, 06.07.1994. US 2005065226
A1, 24.03.2005. JP 60016836 A, 28.01.1985. US
4302503 A, 24.11.1981. JP 2004051653 A,
19.02.2004.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 20.01.2009(86) Заявка РСТ:
US 2006/049094 (20.12.2006)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2007/149125 (27.12.2007)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Ю.Д.Кузнецову,
рег.№ 595

(72) Автор(ы):

**БЕЙКЕРИКАР Киран (US),
МАХДИ Саид З. (US),
АЛЛИАМ Доминик Дж. (US),
БАРИЗ Мэрсис Н. (US),
НЕЙСЕЛ Эндрю Р. (US)**

(73) Патентообладатель(и):

ДАУ ГЛОБАЛ ТЕКНОЛОДЖИЗ ИНК. (US)**(54) ИЗДЕЛИЯ ИЗ СТЕКЛА С ПОКРЫТИЕМ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к изделиям из стекла с покрытием. Технический результат изобретения заключается в снижении температуры нанесения покрытия на стекло. Покрытие, наносимое на подложку из стекла, содержит продукт реакции между: а) одной или несколькими пленкообразующими смолами, имеющими, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться; б) одним или несколькими

реакционно-способными разбавителями, способными вступать в реакцию с пленкообразующей смолой; с) одним или несколькими соединениями, способными промотировать адгезию между композицией и стеклом; d) одним или несколькими соединениями, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой и содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент, и е) одним или несколькими металлами или оксидами металлов, которые делают покрытие

отражающим. Соединения, которые способны промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержат один или более аддукт реакции присоединения Майкла, имеющий

несколько алкоксисиланов, один или более высокомолекулярный аддукт, имеющий несколько алкоксисиланов или их смесь. 6 н. и 13 з.п. ф-лы, 29 табл.

RU 2 4 1 7 1 7 2 C 2

RU 2 4 1 7 1 7 2 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21)(22) Application: **2009101472/03, 20.12.2006**(24) Effective date for property rights:
20.12.2006

Priority:

(30) Priority:
20.06.2006 US 11/472,119(43) Application published: **27.07.2010 Bull. 21**(45) Date of publication: **27.04.2011 Bull. 12**(85) Commencement of national phase: **20.01.2009**(86) PCT application:
US 2006/049094 (20.12.2006)(87) PCT publication:
WO 2007/149125 (27.12.2007)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. Ju.D.Kuznetsovu, reg.№ 595**

(72) Inventor(s):

**BEJKERIKAR Kiran (US),
MAKhDI Said Z. (US),
ALLAM Dominik Dzh. (US),
BARRIZ Mehersi N. (US),
NEJSEL Ehndrju R. (US)**

(73) Proprietor(s):

DAU GLOBAL TEKNOLODZhIZ INK. (US)

(54) ARTICLES MADE FROM COATED GLASS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to articles made from coated glass. The coating, which is applied onto a glass substrate, contains a product of a reaction between: a) one or more film-forming resins, having at least one polymerisable functional group; b) one or more reactive diluents which can react with a film-forming resin; c) one or more compounds capable of promoting adhesion between the composition and glass; d) one or more compounds which can react

with a film-forming resin and contain at least one acid fragment; and e) one or more metals or metal oxides which make the coating reflective. Compounds, which can promote adhesion between the composition and glass, contain one or more Michael addition reaction adduct, having several alkoxy silanes, one or more high-molecular adduct, having several alkoxy silanes or mixture thereof.

EFFECT: low temperature for applying the coating onto the glass.

19 cl, 38 ex, 29 tbl

Область техники, к которой относится изобретение

Данное изобретение относится к изделиям из стекла с покрытием, имеющим нанесенное на них непрозрачное и/или отражающее покрытие. Непрозрачные
5 покрытия предпочтительно являются пигментированными и в предпочтительных условиях предотвращают прохождение через покрытие 99 процентов и более света. Изобретение также относится к способу нанесения покрытий на стекло и к способу приклеивания стекла с нанесенным покрытием к конструкции или подложке, например к зданию.

10 Уровень техники

Стекло используют в широком ассортименте вариантов использования, где оно имеет нанесенное на него декоративное или функциональное покрытие. Одним классом покрытий являются отражающие покрытия. Обычно они представляют собой
15 имеющие толщину в диапазоне от 20 до 1000 ангстремов пленки металлов, таких как медь, хром, никель, олово, железо, кобальт, серебро и золото, или их оксидов или различных смесей таких металлов и оксидов. Такие покрытия наносят на стекло методами вакуумного осаждения, распыления, химического осаждения из паровой фазы, термического разложения или пиролиза жидкокапельных растворов. Еще одним набором покрытий являются непрозрачные покрытия. Такие покрытия используют
20 для предотвращения прохождения сквозь стекло с нанесенным покрытием некоторого или всего количества света. Непрозрачные покрытия, коммерчески используемые для множества конструкций из стекла, включают керамические покрытия, которые осаждают на стекло. Керамические покрытия и стекло нагревают до 1500°C и более
25 для сплавления покрытия воедино и наплавления его на поверхность стекла. Стекло с нанесенным покрытием можно использовать в широком ассортименте вариантов использования, в том числе в случае зданий. В некоторых современных зданиях стекло используют в качестве значительной части внешнего фасада. Зачастую такое стекло
30 имеет нанесенное на него отражающее и/или непрозрачное покрытие. В одном варианте использования стекло является отражающим в эстетических целях. Для зданий с большим количеством стекла на внешней поверхности используют панели переемычек из стекла. Панелями переемычек из стекла являются непрозрачные панели, которые покрывают части здания, которые не являются эстетически
35 привлекательными при взгляде на них снаружи. Данные участки включают плиты перекрытия, водопроводную и канализационную сеть, трубы для электропроводки для подвода электричества и подключения компьютерных систем, каналы для теплотрасс и для кондиционирования воздуха, строительные балки и тому подобное. Зачастую данные панели переемычек имеют наклеенные на внутреннюю поверхность
40 панелей изоляционные материалы. Непрозрачное покрытие также скрывает такие изоляцию или изоляционные панели и их клеевое соединение со стеклом. Обычно отражающее покрытие и непрозрачное покрытие располагают на внутренней стороне стекла. Во множестве зданий стекло, которое используют в качестве окон, имеет
45 только отражающие покрытия, так что жильцы могут видеть то, что находится вне здания. В случае наличия у таких зданий как окон с нанесенным отражающим покрытием, так и панелей переемычек из стекла желательно, чтобы обе конструкции имели бы один и тот же внешний вид при взгляде снаружи и чтобы обе конструкции
50 имели бы отражающее покрытие. В случае наличия на панели переемычки из стекла отражающего покрытия отражающее покрытие располагают в соседстве со стеклом, а непрозрачное покрытие располагают на отражающем покрытии.

В документе US 4302503 автора Mattimoe описывают строительные панели

перемычек, которые являются отражающими, где описанными ранее методами на внутренней поверхности листа из стекла размещают покрытие из металла или оксида металла. После этого на отражающее покрытие осаждают непрозрачное покрытие, пигментированное техническим углеродом. Непрозрачное покрытие содержит
5 пигмент в лаке на алкидной основе, могут быть использованы краски на основе пентаэритритов, полиуретановых, эпоксидных или акриловых смол. Покрытия после высушивания можно ввести в контакт с клеями для приклеивания изоляционных панелей к панелям из стекла.

10 Разработчики изделий из стекла с нанесенным покрытием желают разместить на изделиях из стекла рисунки, некоторые из которых являются многоцветными, которые являются украшением с эстетической точки зрения или сообщают важную информацию, такую как торговые марки, источник происхождения продукта или
15 важная информация о продукте. Способ нанесения керамических покрытий на стекло делает нанесение на изделия из стекла многоцветных узоров или информационной графики затруднительным или непомерно дорогим.

Высокие температуры, необходимые для отверждения данных керамических покрытий, нежелательны вследствие большой величины необходимой энергии и
20 напряжения, создаваемого в стекле вследствие наличия покрытия, наплавленного на стекло, что может привести к разрушению стекла. В дополнение к этому неорганическое керамическое покрытие, вплавленное в стекло, делает
затруднительным отправление стекла на переработку для вторичного использования в случае наличия в стекле дефекта, который возникает во время изготовления стекла
25 или по окончании срока службы транспортного средства. Покрытия, описанные у автора Mattimoe, не нашли существенного коммерческого применения, поскольку панель перемычки из стекла коммерчески изготавливают с использованием покрытий на керамической основе и способов высокотемпературного сплавления.

30 Требуется покрытие для стекла, которое можно наносить без необходимости прибегать к использованию очень высоких температур отверждения, которое может приклеиваться к стандартным клеям и которое облегчает отправление стекла на переработку для вторичного использования. Требуется также система покрытия, которая делает возможным нанесение на изделия из стекла многоцветных и/или
35 информационных покрытий.

Раскрытие изобретения

В одном варианте реализации изобретением является изделие, содержащее подложку из стекла, имеющую нанесенные на нее одно или несколько покрытий,
40 содержащих продукт реакции между а) одной или несколькими пленкообразующими смолами, имеющими, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться; б) одним или несколькими реакционно-способными разбавителями, способными вступать в реакцию с пленкообразующей смолой; с) одним или
45 несколькими кремний-, титан-, цирконий-, алюминий- или металлсодержащими соединениями, способными промотировать адгезию между композицией и стеклом; d) одним или несколькими соединениями, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой и которые также содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент, и е) одним или несколькими компонентами, выбираемыми из i)
50 одного или нескольких пигментов или красителей, которые делают покрытие частично непрозрачным или непрозрачным, или ii) одного или нескольких металлов или соединений металлов, которые делают покрытие отражающим. Предпочтительно подложкой из стекла является лист из стекла. Предпочтительно стекло с нанесенным

покрытием является подходящим для использования в качестве окна. Подложка из стекла может иметь расположенные на ней покрытие, содержащее отражающие металл и/или оксид металла, покрытие, содержащее пигмент, делающий покрытие частично или полностью непрозрачным, или оба покрытия. В еще одном предпочтительном варианте реализации композиция дополнительно содержит f) один или несколько катализаторов или инициаторов, способных инициировать прохождение полимеризации для пленкообразующей смолы при воздействии облучения или способных инициировать прохождение катионной полимеризации. В более предпочтительном варианте реализации пленкообразующая смола содержит ненасыщенные фрагменты, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов. В еще одном варианте реализации непрозрачное покрытие включает несколько непрозрачных покрытий различных цветов в целях получения на изделии из стекла многоцветного узора. В еще одном другом варианте реализации непрозрачное покрытие обеспечивает наличие на изделии из стекла декоративного или информационного рисунка.

В одном варианте реализации изобретением является композиция, содержащая а) одну или несколько пленкообразующих смол, имеющих, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться; б) один или несколько реакционно-способных разбавителей, способных вступать в реакцию с пленкообразующей смолой; в) одно или несколько кремний-, титан-, цирконий-, алюминий- или металлсодержащих соединений, способных промотировать адгезию между композицией и стеклом; г) одно или несколько соединений, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой и которые также содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент, и е) одного или нескольких соединений, выбираемых из металлов или соединений металлов, которые делают композицию отражающей, как только композиция будет отверждена.

В еще одном варианте реализации изобретение включает способ нанесения покрытия на подложку из стекла, включающий нанесение покрытия, соответствующего изобретению, на (а) стекло и (б) воздействие на окно с нанесенным покрытием условий таких, чтобы покрытие отвердилось. В еще одном варианте реализации изобретением является способ, который содержит нанесение отдельных пигмент- или красительсодержащих покрытий, содержащих пигменты или красители различных цветов, и отверждение отдельных окрашенных покрытий в целях размещения на подложке из стекла декоративного или информационного рисунка. В еще одном другом варианте реализации изобретением является способ приклеивания стекла с нанесенным покрытием к подложке, который включает нанесение клея на поверхность покрытия, содержащего отвержденную композицию данного изобретения, расположенную на стекле; (с) введение стекла в контакт с подложкой, где клей располагается между стеклом и подложкой, и г) обеспечение отверждения клея.

Изделия из стекла изобретения и описанные способы, относящиеся к изделию изобретения, демонстрируют наличие значительных преимуществ по сравнению с предшествующим уровнем техники. В частности, покрытия, подходящие для использования в изобретении, можно наносить на искривленные поверхности, которые позволяют проводить нанесение после профилирования подложки, такой как окно. Поскольку данное покрытие не вплавляют в стекло при высоких температурах, покрытие делает возможным отправление стекла на переработку для вторичного использования либо по окончании срока службы конструкции, в которой его

используют, либо в случае наличия в стекле дефекта. Клеи, известные своей пригодностью для приклеивания к материалам стекла, способны обеспечивать приклеивание к отвержденным покрытиям изобретения без использования грунтовки. Клеевое соединение между клеем и покрытиями изобретения является долговечным при воздействии экстремальных условий и предположительно сохраняет свои эксплуатационные характеристики в течение значительной части, если не всей продолжительности, срока службы конструкции, к которой приклеивают стекло. Кроме того, покрытие является абразивостойким и обеспечивает получение хорошей непрозрачности, то есть низкого пропускания УФ-излучения, предпочтительно меньшего чем приблизительно 1 процент. В случае покрытий изобретения не требуется использования печи при отверждении покрытия; требуется меньше материала покрытия по сравнению с керамическими покрытиями; становится возможной более значительная гибкость при выборе пигментов или красителей вследствие отсутствия необходимости использования воздействия высоких температур, которые могут повредить определенные пигменты или красители; наблюдается высокая стойкость к повреждению, вызываемому кислотой; не возникает межфазного напряжения, воздействующего на стекло, и становится возможным использование более тонкого стекла в определенных областях применения; также отсутствует растворитель и быстро протекает отверждение. Покрытия и способы изобретения облегчают нанесение на подложки из стекла многоцветных покрытий в декоративных и/или информационных целях.

Осуществление изобретения

Подложкой из стекла может являться любая подложка, которая использует любое из двух или оба покрытия, выбираемые из отражающего покрытия и непрозрачного покрытия. Стекло может иметь форму контейнера, плоского листа или искривленного листа. В случае листовой формы стеклом предпочтительно является флоат-стекло. Стекло может являться бесцветное или тонированное стекло, такое как серое или бронзовое теплопоглощающее стекло. В случае использования листового стекла предпочтительно, чтобы стекло являлось термически упрочненным или закаленным, что позволит получить свойства, соответствующие продукту такой обработки. Покрытие можно расположить на любой поверхности или части поверхности стекла в соответствии с тем, что потребуется в области применения подложки из стекла. В предпочтительном варианте реализации стекло используют в качестве окна или в качестве панели переключки.

В варианте реализации, в котором покрытие является отражающим, а стекло используют в качестве окна, отражающее покрытие предпочтительно располагают на внутренней поверхности стекла. Термин «внутренний» в соответствии с использованием в данном контексте относится к поверхности стекла, которая располагается обращенной к внутренней поверхности здания. Термин «отражающий» в соответствии с использованием в настоящем документе предпочтительно обозначает то, что свойства данных покрытий при их нанесении на бесцветное стекло, имеющее номинальную толщину 0,25 дюйма (0,64 сантиметра), соответствуют отражательной способности в диапазоне от 6 процентов до 44 процентов в случае падающего видимого света (средняя отражательная способность для дневного света), отражательной способности в диапазоне от 5 процентов до 35 процентов в случае совокупного солнечного излучения и светопропусканию в диапазоне от 5 процентов до 35 процентов. Приведенные ранее величины отражательной способности относятся к поверхности стекла в случае листа с нанесенным пленочным покрытием.

Необходимо отметить то, что в соответствии с использованием в настоящем документе термин «прозрачный» указывает на светопропускание, равное, по меньшей мере, приблизительно 5 процентам. В одном варианте реализации подложки из стекла с нанесенным отражающим покрытием изобретения являются прозрачными.

5 Металлом, оксидами металлов или их смесями, используемыми для придания покрытию отражательной способности, могут являться любые металл, оксид металла или их смеси, которые придают покрытию отражательную способность.

Предпочтительно металл, оксиды металлов или их смеси включают один или 10 несколько металлов, являющихся переходными или относящихся к группам III, IV и VI, оксидов данных металлов или их смесей. Предпочтительно металл, оксиды металлов или их смеси включают один или несколько металлов, являющихся переходными или относящихся к группе IV, оксидов данных металлов или их смесей.

15 Еще более предпочтительно металлами являются оксиды металлов, таких как галлий, медь, хром, никель, олово, железо, кобальт, серебро, золото, их оксиды или их смеси.

Наиболее предпочтительным металлом является галлий. Покрытие наносят достаточной толщины, такой чтобы добиться получения желательного уровня отражательной способности. Предпочтительно толщина составляет 20 20 приблизительно 20 ангстремов и более, более предпочтительно приблизительно 50 ангстремов и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 100 ангстремов и более. Предпочтительно толщина составляет приблизительно 1000 ангстремов и менее, более предпочтительно приблизительно 900 ангстремов и менее, а более предпочтительно приблизительно 500 ангстремов и менее.

25 В варианте реализации, в котором покрытие на стекле является частично непрозрачным или полностью непрозрачным, покрытие содержит пигмент или краситель, которые делают покрытие частично или полностью непрозрачным. Термин «частично непрозрачный» обозначает то, что покрытие пропускает от 1 до 5 30 процентов света, падающего на стекло с нанесенным покрытием. Термин «непрозрачный» обозначает то, что покрытие пропускает 1 процент и менее света, падающего на стекло с нанесенным покрытием, предпочтительно менее 0,3 процента, а наиболее предпочтительно менее 0,1 процента. В одном варианте реализации непрозрачное покрытие используют исключительно для декоративных целей, а в еще 35 одном варианте реализации - для предотвращения прохождения света сквозь стекло.

В варианте реализации, в котором стекло используют в виде панели перемишки, покрытие предназначается для предотвращения просматривания наблюдателем определенных частей здания при взгляде снаружи здания, как это описывалось в 40 настоящем документе ранее. Панель перемишки из стекла также может являться и отражающей. В данном варианте реализации отражающее покрытие можно наносить на поверхность подложки из стекла перед нанесением непрозрачного покрытия. Отражающим покрытием может являться отражающее покрытие изобретения, или им 45 может являться отражающее покрытие, описанное в предшествующем уровне техники, обсуждавшемся в настоящем документе ранее. В случае использования покрытий предшествующего уровня техники данные покрытия можно наносить методами вакуумного осаждения, распыления, химического осаждения из паровой фазы, термического разложения или пиролиза жидкокапельных растворов, все из 50 которых хорошо известны на современном уровне техники. Их можно наносить с толщиной, описанной в настоящем документе ранее. Непрозрачное покрытие наносят на отражающее покрытие. Непрозрачное покрытие хорошо приклеивается к клеям, обычно используемым для приклеивания стекла к подложкам и для приклеивания

изоляционного материала к стеклу. Непрозрачное покрытие может являться многоцветным. Многоцветные покрытия включают отвержденные покрытия, содержащие различные пигменты в каждом покрытии. Такие покрытия могут быть декоративными или информационными. В случае декоративных покрытий покрытия могут иметь любое количество цветов и форму, которые потребуются. В случае информационных покрытий покрытие может передавать любое желательное сообщение. Покрытие может демонстрировать торговую марку, идентификацию источника происхождения или типа продукта, информацию по технике безопасности или предупреждающую информацию, номера патентов, инструкции и тому подобное. Покрытия, имеющие различные цвета, можно располагать на различных частях подложки из стекла, или же одно или несколько покрытий можно расположить на еще одном пигментированном покрытии.

В еще одном варианте реализации подложка из стекла может иметь нанесенное непрозрачное покрытие только на части поверхности стекла, или нанесение на нее можно проводить в виде любого желательного рисунка. В случае использования стекла в качестве окна непрозрачное покрытие можно наносить частично или в виде рисунка для уменьшения количества света, проходящего сквозь стекло. Непрозрачное покрытие наносят толщиной, достаточной для придания желательной природы непрозрачности. Непрозрачное покрытие наносят достаточной толщиной, такой чтобы добиться достижения желательного уровня светопропускания. Предпочтительно толщина составляет приблизительно 10 микрон и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 30 микрон и более. Предпочтительно толщина составляет приблизительно 250 микрон и менее, а более предпочтительно приблизительно 50 микрон и менее.

Одним компонентом композиции является пленкообразующая смола, способная образовывать непрерывную матрицу, которую можно отверждать обычными методами отверждения. Пленкообразующей смолой может являться любая смола, которая образует непрерывную пленку и которая отверждается в разумных условиях. Пленкообразующая смола содержит один или несколько фрагментов, которые в разумных условиях способны полимеризоваться и поэтому образовывать непрерывную матрицу и которые являются стойкими к воздействию множества факторов окружающей среды. В предпочтительном варианте реализации пленкообразующая смола предпочтительно полимеризуется при воздействии свободных радикалов или условий проведения катионной реакции. В предпочтительном варианте реализации пленкообразующей смолой является смола, которая отверждается под действием облучения, такого как облучение УФ-излучением или электронным пучком. В предпочтительном варианте реализации пленкообразующая смола имеет функциональные группы, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов, таких как фрагменты, содержащие винил, акрилат, стирольное звено, диен, метакрилат, аллил, тиолен, звено простого винилового эфира, звено ненасыщенного сложного эфира, имид, N-винил, акриламид, и их смеси и тому подобное. В более предпочтительном варианте реализации функциональными группами на пленкообразующей смоле являются акриловые и/или метакриловые фрагменты. Во множестве вариантов реализации пленкообразующей смолой являются олигомер или форполимер, содержащие описанные функциональные фрагменты. В числе предпочтительных типов олигомеров и форполимеров находятся уретанакрилаты, такие как алифатические и ароматические уретанакрилаты, эпоксиакрилаты, меламинакрилаты, полиэфиракрилаты на основе сложного эфира,

полиэфиракрилаты на основе простого эфира, силиконакрилаты, дендритовые акрилаты, полибутадиенакрилаты, аминакрилаты, акриловые акрилаты, амидо- и спироортокарбонатэфиры на основе сложного эфира или их смеси. Более предпочтительным классом олигомеров и форполимеров являются алифатические уретанакрилаты. Примеры алифатических уретанакрилатных олигомеров или форполимеров, которые являются коммерчески доступными, включают те, которые поступают от компании Cytec Surface Specialties под торговой маркой EBECRYL и с обозначениями 264, 265, 284N, 1290, 4866, 8210, 8301, 8402, 8405, 5129 и 8411; те, которые являются доступными в компании Sartomer с обозначениями CN985B88, 964, 944B85, 963B80, CN 929, CN 996, CN 968, CN 980, CN 981, CN 982B90, CN 983, CN 991; CN 2920, CN 2921, CN 9006, CN 9008, CN 9009, CN 9010; GENOMER 4302 и 4316, доступные в компании Rahn; PHOTOMER 6892 и 6008, доступные в компании Cognis; NK OLIGO™ U24A и U-15HA™, доступные в компании Kowa. Дополнительные поставщики алифатических уретанакрилатов включают серию BR алифатических уретанакрилатов, таких как BR 144 или 970, доступных в компании Bomar Specialties, или серию LAROMER алифатических уретанакрилатов от компании BASF.

Для получения соответствующей пленки важным фактором является молекулярная масса. Меньшую молекулярную массу пленкообразующей смолы предпочтительно выбирают такой, чтобы пленкообразующая смола, будучи нанесенной в виде покрытия на подложку, образовывала бы непрерывную матрицу, которая сохраняла бы свою природу пленки и представляла бы собой непрерывную матрицу при отверждении. Верхним пределом молекулярной массы является наибольшая молекулярная масса, при которой пленкообразующая смола будет способна подвергаться переработке при разумных условиях. Возможно и использование дендримеров, имеющих повышенные молекулярные массы, где получающуюся в результате композицию можно подвергать переработке при использовании оборудования, обычно используемого специалистами на современном уровне техники. Пленкообразующая смола в композиции присутствует в количестве, достаточном для получения непрерывной матрицы при нанесении на подложку и отверждении. В предпочтительном варианте реализации пленкообразующая смола присутствует в количестве, равном приблизительно 10 массовым частям и более, а более предпочтительно приблизительно 15 массовым частям и более, при расчете на массу композиции. Предпочтительно пленкообразующая смола в композиции присутствует в количестве, равном приблизительно 70 массовым частям и менее при расчете на массу композиции, а более предпочтительно приблизительно 60 массовым частям и менее, более предпочтительно приблизительно 50 массовым частям и менее, а наиболее предпочтительно 40 массовым частям и менее. В соответствии с использованием в настоящем документе все массовые части получают при расчете на 100 массовых частей упомянутых материала или композиции основы. В случае композиции покрытия это значит то, что массы получают при расчете на 100 массовых частей композиции покрытия.

Композиция может дополнительно содержать реакционно-способный разбавитель в достаточных количествах таких, чтобы композиция имела бы желательную вязкость. В общем случае желательная вязкость такова, чтобы композиция была бы способна подвергаться переработке и образовывала бы хорошее покрытие. Может быть использовано любое соединение, которое вступает в реакцию с пленкообразующей смолой в условиях проведения полимеризации и которое имеет низкую вязкость. Реакционно-способный разбавитель может быть монофункциональным в том смысле,

что он будет иметь одну функциональную группу, которая будет вступать в реакцию с другими активными компонентами системы. В еще одном варианте реализации реакционно-способным разбавителем может являться любое полифункциональное соединение, способное вступать в реакцию с пленкообразующей смолой с введением соединительных звеньев между полимерными цепями, образовавшимися во время отверждения пленкообразующей смолы. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «полифункциональный» обозначает наличие в среднем двух и более функциональных групп, а более предпочтительно трех и более функциональных групп. Предпочтительно полифункциональный реакционно-способный разбавитель характеризуется функциональностью, равной приблизительно 3 и менее. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «полифункциональный» должен относиться к номинальной природе в том смысле, что он относится к соединениям, которые характеризуются теоретической функциональностью, равной двум и более, в противоположность фактической функциональности. В частности, при определении того, является ли в соответствии с данным определением соединение полифункциональным, игнорируют несовершенства, возникающие в результате переработки или образования побочных продуктов. В реальности множество соединений, которые теоретически являются би- или полифункциональными, характеризуются более низкой функциональностью по сравнению с теоретической вследствие образования побочных продуктов и неполноты прохождения реакций. Предпочтительно реакционно-способный разбавитель содержит ненасыщенные соединения, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов или соединений, которые вступают в реакцию по механизмам катионных реакций. Примеры функциональных фрагментов, которые можно использовать в реакционно-способном разбавителе, включают фрагменты, содержащие винил, акрилат, стирольное звено, диен, метакрилат, аллил, акриламид, метакриламид, циклоалифатический эпоксид, альфа-эпоксид, акрилонитрил и метакрилонитрил, их комбинации и тому подобное. Предпочтительными функциональными группами являются те функциональные группы, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов. В числе предпочтительных функциональных групп, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов, находятся фрагменты, содержащие винил, акрилат, стирольное звено, диен, метакрилат и аллил, их комбинации и тому подобное. Представительные примеры подходящих для использования монофункциональных реакционно-способных разбавителей описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0018, включенном посредством ссылки в настоящий документ. В одном предпочтительном варианте реализации реакционно-способным разбавителем является монофункциональный акрилат. В числе предпочтительных монофункциональных акрилатов находятся 2-(2-окси)этилакрилат, 2-феноксиэтилакрилат, гидроксилэтилакрилат, другие длинноцепные алкилакрилаты, изоборнилакрилат, циклический триметилпропанформальакрилат, монофункциональные алифатические уретанакрилаты, их смеси и тому подобное. В более предпочтительном варианте реализации реакционно-способным разбавителем является полиакрилат. Примеры полиакрилатных реакционно-способных разбавителей описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0018,

включенном посредством ссылки в настоящий документ. Предпочтительными реакционно-способными разбавителями являются диакрилаты, такие как 1,6-гександиолдиакрилат, 1,9-нонандиолдиакрилат, 1,4-бутандиолакрилат, трициклодекандиметанолдиакрилат, циклогександиметанолдиакрилат, алкоксилированные циклогександиакрилаты, трипропиленгликольдиакрилат и тому подобное. Более предпочтительные реакционно-способные разбавители включают пропоксилированный неопентилгликольдиакрилат, пропоксилированный глицерилтриакрилат и трипропиленгликольдиакрилат. Разбавитель в композиции присутствует в количествах, достаточных для получения плотной пленки, которая после отверждения была бы способна противостоять воздействию множества обычных факторов окружающей среды, и обеспечения наличия вязкости, которая соответствовала бы желательному способу нанесения покрытия. В числе наиболее предпочтительных монофункциональных акрилатных мономеров находится изоборнилакрилат. Предпочтительно реакционно-способный разбавитель в композиции присутствует в количестве, равном приблизительно 2 массовым частям и более при расчете на массу композиции, предпочтительно приблизительно 5 массовым частям и более, а более предпочтительно приблизительно 10 массовым частям и более. Реакционно-способный разбавитель в композиции предпочтительно присутствует в количестве, равном приблизительно 30 массовым частям и менее, более предпочтительно приблизительно 25 массовым частям и менее, а наиболее предпочтительно приблизительно 20 массовым частям и менее, при расчете на массу композиции.

В предпочтительном варианте реализации в покрытиях изобретения используют смесь реакционно-способных разбавителей. Наиболее предпочтительно используют смесь монофункциональных, бифункциональных и трифункциональных разбавителей. Количеством реакционно-способного разбавителя, характеризующегося функциональностью, большей чем 2 процента, является то количество, которое улучшает стойкость покрытия к царапанию. Предпочтительно реакционно-способный разбавитель, характеризующийся функциональностью, большей чем 2, присутствует в количестве, равном приблизительно 1 массовой части и более, более предпочтительно приблизительно 3 массовым частям и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 4 массовым частям и более. Предпочтительно реакционно-способный разбавитель, характеризующийся функциональностью, большей чем 2, присутствует в количестве, равном приблизительно 15 массовым частям и менее, а более предпочтительно приблизительно 12 массовым частям и менее и наиболее предпочтительно приблизительно 10 массовым частям и менее.

Выбор реакционно-способного разбавителя оказывает влияние на рабочее время и продолжительность срока годности при хранении неотвержденного покрытия. Рабочим временем является время от момента начальной реакции функциональных групп вплоть до момента покрытия поверхности жидкой рецептурой покрытия. Срок годности при хранении представляет собой тот период, в течение которого отверждаемую композицию можно хранить до тех пор, пока композиция не отвердится в такой степени, что композицию больше уже нельзя будет использовать для предполагаемого для нее назначения. В случае неиспользования ингибитора свободных радикалов для стабилизации жидких композиций оптимальные эксплуатационные характеристики в отношении как рабочего времени, так и продолжительности срока годности при хранении будут демонстрировать следующие далее реакционно-способные разбавители: пропоксилированный

неопентилгликольдиакрилат и пропоксилированный глицерилтриакрилат.

Композиция дополнительно содержит один промотор или несколько промоторов адгезии, которые способны улучшать приклеивание композиции к стеклу и/или изоцианат- или силосифункциональному клею. Промотор адгезии (аппрет) в
5 настоящем документе определяют как материал, имеющий, по меньшей мере, одну группу, способную вступать в реакцию, связывание и/или ассоциирование с группой, по меньшей мере, на одной поверхности подложек, склеиваемых друг с другом. В одном неограничивающем варианте реализации промотор адгезии может выступать в
10 роли молекулярного мостика на межфазной поверхности, по меньшей мере, между двумя поверхностями, где поверхности могут представлять собой подобные или разнородные поверхности. В еще одном неограничивающем варианте реализации промоторами адгезии могут являться мономеры, олигомеры и/или полимеры. Такие материалы включают нижеследующее, но не ограничиваются только этим:
15 металлоорганика, такая как силаны, титанаты, цирконаты, алюминаты, металлсодержащие соединения, алюминаты циркония, их гидролизаты и их смеси. Предпочтительно такой промотор адгезии содержит титан или кремний, а наиболее предпочтительно содержит соединительные звенья силоси (кремний и кислород).
20 Предпочтительно кремнийсодержащим промотором адгезии является полисилоксан, такой как те, которые описываются в патенте США №5502045 в колонке 2, строках 8-20 и в колонке 3, строках 3-54, включенных посредством ссылки в настоящий документ; тетраортосиликаты, описанные в патенте США №6306924 в колонке 2, строках 26-39 и в колонке 3, строках 24-42, при этом соответствующие части
25 включаются посредством ссылки в настоящий документ; и мультифункциональные силаны, такие как те, которые описываются в патенте США №6355127 авторов Mahdi et al. во фрагменте от колонки 21, строки 44 до колонки 22, строки 38, при этом соответствующие части включаются посредством ссылки в настоящий документ, или
30 промоторы адгезии, которые представляют собой продукты реакции между данными силанами и другими промежуточными соединениями. Неограничивающие примеры силановых аппретов описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0021, включенном посредством ссылки в
35 настоящий документ. Титанатный, цирконатный или циркоалюминатный промоторы адгезии, подходящие для использования в данном изобретении, включают те, которые описываются в патенте США №6649016 авторов Wu et al. во фрагменте от колонки 7, строки 23 до колонки 8, строки 53, при этом соответствующие части включаются
40 посредством ссылки в настоящий документ. Предпочтительные титановые и циркониевые промоторы адгезии описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0021, включенном посредством ссылки в настоящий документ. В общем случае промоторы
45 адгезии присутствуют в количестве, достаточном для обеспечения достижения долговечного приклеивания покрытия к стеклу, а предпочтительно получения долговечного приклеивания к клеям, которые обычно обеспечивают приклеивание к стеклу, таким как изоцианат- или силосифункциональные клеи. В случае
50 использования чрезмерно малого количества промотора адгезии между покрытием и стеклом и/или клеем будет наблюдаться неудовлетворительная адгезия. В случае использования чрезмерно большого количества промотора адгезии композиция покрытия может оказаться нестабильной. В данном контексте термин «нестабильный»

обозначает то, что композиция может отвердиться до воздействия желательных условий проведения отверждения. Промоторы адгезии предпочтительно присутствуют в количестве, равном приблизительно 1 массовой части и более при расчете на массу композиции, более предпочтительно приблизительно 6 массовым частям и более, еще более предпочтительно приблизительно 8 массовым частям и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 10 массовым частям и более. Предпочтительно промотор адгезии присутствует в количестве, равном приблизительно 30 массовым частям и менее при расчете на массу композиции, а более предпочтительно приблизительно 20 массовым частям и менее.

В предпочтительном варианте реализации композиция содержит либо любой один, либо оба из двух силановых промоторов адгезии, при этом один выбирают из группы полисилоксанов и тетраортосиликатов, а второй выбирают из группы мультифункциональных силанов. Предпочтительные тетраалкилортосиликаты описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзацах 0023 и 0024, включенных посредством ссылки в настоящий документ. Предпочтительные полисилоксаны, подходящие для использования в изобретении, описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзацах 0025 и 0026, включенных посредством ссылки в настоящий документ.

Мультифункциональные силаны включают соединения, которые характеризуются наличием силановой функциональности и второй функциональной группы, включающей группы эпокси, amino, винила, изоцианата, изоцианурата, меркапто, акрилата, метакрилата и тому подобное. Промоторы адгезии, предпочтительные для обеспечения формирования адгезии к поверхностям с нанесенным покрытием, таким как поверхности с нанесенными отражающим покрытием или непрозрачным покрытием, включают, например, аминоалкоксисиланы, винилалкоксисиланы, изоцианатоалкоксисиланы, эпоксиалкоксисиланы, меркаптосиланы и изоциануратфункциональные алкоксисиланы. Более предпочтительные мультифункциональные силаны описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0027, включенном посредством ссылки в настоящий документ.

В еще одном предпочтительном варианте реализации промотором адгезии является продукт реакции присоединения Майкла между силоксаном, дополнительно содержащим один или несколько функциональных фрагментов, содержащих активный водород, и реагентом, имеющим две и более акрилатные группы. Продукт реакции предпочтительно имеет четыре и более силоксигрупп, а более предпочтительно 6 и более. Продукт реакции предпочтительно не содержит активных атомов водорода. Продукты реакции предпочтительно также имеют, по меньшей мере, одну ненасыщенную группу, способную вступать в реакцию в присутствии свободных радикалов. Предпочтительно акрилатсодержащим реагентом является полученный из алкоксилированного полиола ди- или полиакрилат, такой как пропоксилированный неопентилгликольдиакрилат, пропоксилированный глицерилтриакрилат или другие диакрилаты, такие как гександиолдиакрилат, трипропиленгликольдиакрилат, дипропиленгликольдиакрилат, циклогександиметанолдиакрилат, алкоксилированные циклогександиметанолдиакрилаты, нонандиолдиакрилат и тому подобное. Продукт

реакции присоединения Майкла получают в результате проведения реакции между реагентами при повышенных температурах, находящихся в диапазоне от приблизительно 30°C до приблизительно 60°C, предпочтительно равных приблизительно 55°C, в течение достаточного периода времени такого, чтобы в реакцию вступали бы все функциональные группы, содержащие активные атомы водорода, например все амины будут представлять собой третичные амины. Предпочтительно реагенты вступают в реакцию при повышенных температурах в течение более чем приблизительно 72 часов. Необходимо понимать то, что для укорачивания времени реакции могут быть использованы одна или несколько добавок (например, катализатор). Например, в случае использования в композиции продукта реакции присоединения Майкла, такого как 1,8-дiazобикарбонил[5.4.0]ундец-7-ен (доступного в компании Aldrich с обозначением DBU), можно, например, не в порядке ограничения, использовать третичный амин (например, в количестве в диапазоне от приблизительно 0,1 до приблизительно 3 массовых частей). Природа алкоксигрупп у продукта реакции присоединения Майкла оказывает влияние на скорость отверждения композиции покрытия изобретения. Метоксигруппы гидролизуются быстрее, и, таким образом, реакция отверждения протекает быстрее в случае наличия на силоксигруппах метоксигрупп. В случае присутствия высших алкоксигрупп реакция протекает медленнее. Совокупную скорость реакции и, таким образом, рабочее время можно регулировать, проводя регулирование относительного количества алкоксигрупп у промоторов адгезии и соотношения между имеющимися метоксигруппами и высшими алкоксигруппами.

В еще одном варианте реализации промотором адгезии является высокомолекулярный аддукт, содержащий несколько алкоксисилановых фрагментов. Предпочтительно аддукт содержит 3 и более алкоксисилановых фрагмента, а более предпочтительно 6 и более. Предпочтительно аддукт имеет среднечисленную молекулярную массу, равную приблизительно 500 Да и более, а более предпочтительно 1000 Да и более. Аддукт предпочтительно не содержит фрагментов, содержащих реакционно-способный водород. В предпочтительном варианте реализации аддуктом является продукт реакции между эпоксисиланом, таким как гамма-пропилтриметоксиэпоксисилан или гамма-пропилтриэтоксиэпоксисилан, и одним или несколькими силанами, содержащими фрагменты, содержащие реакционно-способный водород, в условиях, когда будет присутствовать избыток эпоксиэквивалентов в сопоставлении с количеством фрагментов, содержащих активный водород. Предпочтительно соотношение эквивалентов между эпоксифрагментами и фрагментами, содержащими активный водород, составляет приблизительно 1,1 и более; а более предпочтительно приблизительно 1,12. Предпочтительно соотношение эквивалентов между эпоксиэквивалентами и фрагментами, содержащими активный водород, составляет приблизительно 1,14 и менее. Предпочтительными фрагментами, содержащими активный водород, являются амин и меркапто, при этом амин является наиболее предпочтительным. Продукт, полученный в результате проведения реакции между эпоксисиланом и силаном, содержащим активный водород, после этого вводят в реакцию с продуктом реакции между алифатическим ди- или полиизоцианатом, таким как тетраметилдиизоцианат (ТМДИ), и силаном, содержащим функциональный фрагмент, содержащий активный водород, например аминосиланом или меркаптосиланом. Два продукта реакции вводят в реакцию при достаточном соотношении таком, чтобы получающийся в результате аддукт не содержал бы атомов активного водорода или изоцианатных

групп. Получающийся в результате аддукт добавляют в композиции покрытий в количестве, достаточном для улучшения долговременной адгезии между композицией покрытия и подложками и клеевыми системами. Предпочтительно высокомолекулярный алкоксисилансодержащий аддукт присутствует в количестве, равном приблизительно 1 массовой части и более, а более предпочтительно приблизительно 5 массовым частям и более. Высокомолекулярный алкоксисилансодержащий аддукт предпочтительно присутствует в количестве, равном приблизительно 15 массовым частям и менее, а более предпочтительно приблизительно 10 массовым частям и менее. Высокомолекулярный алкоксисилановый аддукт к композиции покрытия изобретения предпочтительно добавляют в смеси с реакционно-способным разбавителем, описанным в настоящем документе ранее. В предпочтительном варианте реализации промотор адгезии содержит смесь продукта реакции присоединения Майкла, имеющего алкоксисилановые группы, и высокомолекулярных алкоксисилановых аддуктов, предпочтительно два типа аддуктов используют с соотношением в диапазоне от приблизительно 1 до приблизительно 15, а более предпочтительно от приблизительно 1 до приблизительно 5.

Композиция дополнительно содержит соединение, которое вступает в реакцию с пленкообразующей смолой и которое также содержит кислотный фрагмент. В частности, соединение характеризуется наличием функциональной группы или фрагмента, которые будут вступать в реакцию с функциональными фрагментами, содержащимися в пленкообразующей смоле. Предпочтительно такая реакционно-способная группа претерпевает реакцию при воздействии свободных радикалов, излучения или катионов. Такие фрагменты описываются в настоящем документе ранее. Соединение, которое вступает в реакцию с пленкообразующей смолой и которое содержит кислотный фрагмент, присутствует в целях улучшения приклеивания композиции стеклу и к клеевым системам. Предпочтительно кислотной группой является группа сильной кислоты; такие сильные кислоты включают карбоновые кислоты, фосфорные кислоты, серные кислоты и группы сульфоновой кислоты. Предпочтительными кислотными группами являются группы карбоновых кислот и группы фосфорных кислот, такие как кислые сложные эфиры фосфорной кислоты. Наиболее предпочтительными кислотными группами являются группы карбоновых кислот. Предпочтительно соединением является соединение, которое имеет кислотную группу и одну или несколько функциональных групп, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов, излучения или которые вступают в реакцию при введении в контакт с катионами. Предпочтительными являются соединения, которые полимеризуются при воздействии свободных радикалов или излучения, такие как группы акрилата, винила, аллила, простого винилового эфира или (мет)акрилата. Предпочтительно этиленовую ненасыщенную группу с группой сильной кислоты соединяет нефункциональная алкильная цепь. В числе предпочтительных классов соединений, содержащих кислоту, находятся акрилаты или (мет)акрилаты, содержащие кислотную функциональность, в том числе метакриловые кислоты, акриловые кислоты, акрирированные сложные эфиры кислых сложных эфиров фосфорной кислоты, моно-2-(метакрилокси)этилмалеинат или моноакрилат фосфорной кислоты, малеиновые кислоты, итаконовые кислоты, их смеси и тому подобное. Кислота присутствует в количестве, достаточном для улучшения приклеивания к стеклу или пластику с нанесенным покрытием и/или клею. В случае использования чрезмерно большого количества кислоты на стабильность композиции

может быть оказано негативное влияние. Реакционно-способное соединение, содержащее кислоту, в композиции присутствует в количестве, равном приблизительно 1 массовой части и более при расчете на массу композиции, а предпочтительно приблизительно 4 массовым частям и более. Реакционно-способное кислотное соединение в композиции предпочтительно присутствует в количестве, равном приблизительно 10 массовым частям и менее, а более предпочтительно приблизительно 8 массовым частям и менее.

Композиция дополнительно содержит пигменты или красители. Пигменты или красители могут присутствовать для придания композиции желательного цвета или для придания ей непрозрачности. Предпочтительно пигменты или красители являются долговечными в том смысле, что они характеризуются хорошей долговечностью при нахождении вне помещения и противостоят ухудшению начальных свойств при воздействии солнца и природных условий. Предпочтительно пигменты уменьшают светопропускание сквозь покрытие. В предпочтительном варианте реализации пигменты способны уменьшать светопропускание сквозь покрытие до менее чем 1 процента света, находящегося в контакте с покрытием. Кроме того, предпочитается, чтобы пигменты или красители не препятствовали бы приклеиванию покрытия к стеклу или клею. Пигменты или красители, подходящие для использования в изобретении, могут являться органическими или неорганическими. Предпочтительные неорганические пигменты включают черные железноокисные пигменты, оксид цинка, оксид церия и диоксид титана (TiO_2), в то время как предпочтительные органические пигменты включают технический углерод, фталоцианины, антрахиноны, перилены, карбазолы, моноазо- и дисазобензимидазолы, изоиндолиноны, моноазонафтолы, диарилидепиразолы, родамины, индигоиды, хинакридоны, диазопирантроны, динитранилины, пиразолы, дианзидины, пирантроны, тетрахлоризоиндолиноны, диоксазины, моноазоакрилиды, антрапиримидины и их смеси. Перечень коммерческих пигментов, которые являются подходящими для использования в композициях изобретения, описывается в соответствующих частях патентной заявки США 2002/0086914, включенных посредством ссылки в настоящий документ. Предпочтительные пигменты включают технический углерод или черные железноокисные пигменты. В варианте реализации, в котором композицию используют для нанесения покрытия на стекло, предпочитается, чтобы используемым пигментом являлся бы черный пигмент. Кроме того, предпочитается, чтобы пигментом являлся бы технический углерод. В изобретении может быть использована любая известная марка технического углерода. Пигменты или красители используют в количестве, достаточном для придания покрытию желательной функциональности. В частности, в случае использования пигмента или красителя просто для получения покрытия используют количество пигмента или красителя, достаточное для получения желательного цвета. Наоборот, в случае добавления пигментов для придания покрытию непрозрачности используют количество пигмента, достаточное для получения желательного уровня непрозрачности. В предпочтительном варианте реализации пигмент является черным и, таким образом, используется для придания покрытию непрозрачности. Предпочтительно красители являются полупрозрачными. Пигмент должен присутствовать в количестве таком, чтобы отвержденное покрытие характеризовалось бы желательным светопропусканием, предпочтительно меньшим чем 1 процент при желательной толщине покрытия. Предпочтительно пигмент или краситель присутствуют в количестве, равном приблизительно 1 массовой части и более, более предпочтительно приблизительно 2 массовым частям и более, еще более

предпочтительно приблизительно 3 массовым частям и более, более предпочтительно приблизительно 5 массовым частям и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 8 массовым частям и более. Предпочтительно подходящее для использования количество пигмента составляет приблизительно 15 массовых частей и менее, а наиболее предпочтительно приблизительно 12 массовых частей и менее.

Композиция может дополнительно содержать катализатор или инициатор, способные инициировать отверждение пленкообразующей смолы в условиях проведения отверждения. Предпочтительно данные условия проведения отверждения являются достаточными для стимулирования образования свободных радикалов или катионов. Предпочтительные катализаторы или инициаторы включают фотоинициаторы, которые инициируют прохождение свободно-радикальной полимеризации благодаря образованию свободных радикалов или которые образуют катионы, или термоинициаторы, которые образуют свободные радикалы или которые образуют или высвобождают катионы при воздействии тепла. Системы фотоинициаторов, характеризующиеся соответствующей восприимчивостью к воздействию актиничного излучения, обычно вводят в рецептуры, содержащие соединения настоящего изобретения, и при облучении они приводят к образованию реакционно-способных частиц, способных инициировать прохождение полимеризации. В предпочтительном варианте реализации инициатором является соединение, которое при воздействии облучения инициирует прохождение свободно-радикальной полимеризации. Примеры фотоинициаторов включают альфа-аминокетоны, альфа-гидроксикетоны, фосфиноксиды, фенилглиоксалаты, тиоксантоны, бензофеноны, простые бензоиновые эфиры, сложные оксимовые эфиры, аминовые синергисты, малеимиды, их смеси и тому подобное. Предпочтительные фотоинициаторы включают соединения следующих категорий: фосфиноксиды, кетоны и их производные, бензофеноны, карбоцианины и метины, полициклические ароматические углеводороды, такие как антрацен и тому подобное, и красящие вещества, такие как ксантены, сафранины и акридины. В более общем случае ими по существу являются химические вещества, относящиеся к одной из следующих далее основных категорий: соединения, имеющие карбонильные группы, такие как пентандион, бензил, пиперональ, бензоин и его галогенированные производные, бензоиновые простые эфиры, антрахинон и его производные, п,п'-диметиламинобензофенон, бензофенон и тому подобное; соединения, содержащие серу или селен, такие как ди- и полисульфиды, ксантогенаты, меркаптаны, дитиокарбаматы, тиокетоны, бета-нафтоселеназолины; пероксиды; соединения, содержащие азот, такие как азонитрилы, diazosоединения, диазиды, акридиновые производные, феназин, хиноксалин, хиназолин и сложные оксимовые эфиры, например 1-фенил-1,2-пропандион-2-[0-(бензоил)оксим]; галогенированные соединения, такие как галогенированные кетоны или альдегиды, метиларилгалогениды, сульфониалгалогениды или -дигалогениды; фосфиноксиды и красящие вещества, являющиеся фотоинициаторами, такие как diaзониевые соли, азоксибензолы и производные, родамины, эозины, флуоресцеины, акрифлавин и тому подобное. Обычные фотоинициаторы включают 2,2-диэтоксиацетофенон, диметоксифенилацетофенон, фенилбензоин, бензофенон, замещенные бензофеноны, фосфиноксиды и тому подобное. Специалисты в соответствующей области техники должны понимать то, что в случае использования в качестве фотоинициаторов бензофенона и подобных соединений для улучшения превращения фотоадсорбированной энергии в свободные радикалы, инициирующие прохождение полимеризации, будут использовать и синергист, такой как третичный

амин или полимерный амин, такой как поли(пропиленоксид)полиол с концевыми группами вторичного или первичного амина.

5 Фотоинициаторы обеспечивают подвод к молекулам, содержащим ненасыщенность, или к части инициатора энергии, передаваемой светом. Благодаря ненасыщенным системам или фотоинициатору фотосенсибилизаторы приводят к
образованию свободных радикалов или ионов, которые инициируют прохождение полимеризации или сшивания композиции. Также можно использовать и смеси с известными фотоинициаторами, которые описываются в патентной заявке США с
10 регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0034, включенном посредством ссылки в настоящий документ, и в документе EP 126 541 (документы US 4777191 и US 4970244, включенные посредством ссылки в настоящий документ); и в документе GB 2339571 (документ US 6596445, включенный посредством
15 ссылки в настоящий документ).

Также можно добавлять и свободно-радикальные термоинициаторы, например бензоилпероксид (другие подходящие для использования пероксиды описывают в патенте США № 4950581, в колонке 19, строках 17-25, включенных посредством
20 ссылки в настоящий документ), или катионные инициаторы, такие как соли ароматических сульфония, фосфония или иодония, которые описываются, например, в патенте США №4950581, во фрагменте от колонки 18, строки 60 до колонки 19, строки 10, включенном посредством ссылки в настоящий документ. Примером иодониевой соли является гексафторфосфат (4-изобутилфенил)-4-метилфенилиодония.
25 Также могут присутствовать и производные малеимида, описанные, например, в патенте США № 6153662 или в патенте США №6150431, оба из которых посредством ссылки включаются в настоящий документ. Примерами, которые можно упомянуть, являются N-(2-трифторметилфенил)малеимид и N-(2-трет-бутилфенил)малеимид.

30 В числе предпочтительных классов фотоинициаторов находятся альфа-аминокетоны, фосфиноксиды, альфа-гидроксикетоны, их смеси и тому подобное, при этом фосфиноксиды являются наиболее предпочтительными. В числе предпочтительных фотоинициаторов находятся 1-гидроксициклогексилфенилкетон, доступный в компании Ciba Geigy под торговой маркой и с обозначением IRGACURE
35 184, 2-бензил-N-диметиламино-1-(4-морфолинофенил)-1-бутанон, доступный в компании Ciba Geigy под торговой маркой и с обозначением IRGACURE 369 или IRGACURE 379, и фосфиноксиды, доступные в компании BASF под торговой маркой LUCIRIN TPO, IRGACURE 819, доступный в компании Ciba, их смеси, такие как SARCURE™ SR 1135 от компании Sartomer или ESCACURE KTO 46 от
40 компании Lambert, которая представляет собой смесь производных альфа-гидроксикетонбензофенона и фосфиноксида, и тому подобное. Предпочтительно катализатор или инициатор присутствуют в количестве, достаточном для катализирования прохождения полимеризации при воздействии соответствующих
45 условий проведения полимеризации, описанных в настоящем документе далее. Предпочтительно катализатор или инициатор присутствуют в количестве, равном приблизительно 0,1 массовой части и более при расчете на массу композиции, более предпочтительно приблизительно 1 массовой части и более, еще более
50 предпочтительно приблизительно 2 массовым частям и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 4 массовым частям и более. Предпочтительно катализатор или инициатор присутствуют в количестве, равном приблизительно 20 массовым частям и менее, более предпочтительно приблизительно 12 массовым

частям и менее, еще более предпочтительно приблизительно 10 массовым частям и менее, а наиболее предпочтительно приблизительно 8 массовым частям и менее, при расчете на массу композиции.

Композиции покрытий изобретения отверждаются по двум механизмам. Во-первых, они отверждаются в результате прохождения свободно-радикальной полимеризации ненасыщенных фрагментов, или полимеризация проходит с участием катиона. Кроме того, покрытия отверждаются в результате прохождения силанольной конденсации. Силанольная конденсация протекает при воздействии атмосферной влаги. В отсутствие катализатора это относительно медленный механизм отверждения. Прохождение силанольной конденсации катализируют кислотными, основными или металлоорганическими катализаторами, описанными в настоящем документе далее в отношении клеевых систем. Композиции покрытий изобретения содержат соединения, содержащие кислоту, и могут содержать амины, которые катализируют прохождение реакции. В альтернативном варианте может быть добавлен катализатор отверждения во влажной среде, описанный в настоящем документе далее.

Композиция может дополнительно содержать наполнитель. Наполнитель можно использовать тогда, когда у покрытий изобретения требуется наличие улучшенной абразивостойкости. Наполнителем может являться любой наполнитель, который способен улучшить абразивостойкость и поверхностную твердость отвержденной композиции. Кроме того, наполнитель должен быть способен диспергироваться в композиции покрытия. Предпочтительными классами наполнителей являются силикаты, оксиды алюминия, диоксиды циркония, карбиды или любые другие наполнители, характеризующиеся высокой твердостью (твердость по Моосу, большая чем приблизительно 7), их комбинации и тому подобное. Предпочтительными наполнителями являются силикаты и оксиды алюминия, при этом оксиды алюминия являются более предпочтительными. Предпочтительными наполнителями являются те, которые содержат поверхностные гидроксилы. Более предпочтительными оксидами алюминия, подходящими для использования в изобретении, являются альфа-оксиды алюминия. Предпочтительно наполнители характеризуются размером частиц, равным приблизительно 10 микронам и менее, а наиболее предпочтительно 5 микронам и менее. Наполнитель присутствует в количестве, достаточном для улучшения поверхностной твердости и абразивостойкости, и в количестве таком, чтобы можно было бы получить гомогенную дисперсию. Предпочтительно наполнитель присутствует в количестве, равном приблизительно 5 массовым процентам и более при расчете на массу композиции, более предпочтительно приблизительно 25 массовым процентам и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 30 массовым процентам и более. Наполнитель предпочтительно присутствует в количестве, равном приблизительно 60 массовым частям и менее при расчете на массу композиции, более предпочтительно приблизительно 50 массовым частям и менее, а наиболее предпочтительно приблизительно 40 массовым частям и менее.

Композиция может дополнительно содержать диспергатор или поверхностно-активное вещество, которые стабилизируют дисперсию твердых частиц в жидкой среде и облегчают получение непрерывной беспористой пленки. Все подходящие для использования диспергаторы являются поверхностно-активными соединениями, предпочтительно катионными, анионными и неионными поверхностно-активными веществами, а также полимерными диспергаторами, которые диспергируют компоненты в композиции изобретения и которые стабилизируют композиции, то есть

предотвращают фазовое разделение композиций или осаждение компонентов из композиций и описываются в патентной заявке США с регистрационным номером 11/422119, поданной 20 июня 2006 года и озаглавленной PROTECTIVE COATING FOR WINDOW GLASS, в абзаце 0038, включенном посредством ссылки в
5 настоящий документ. Наиболее предпочтительные диспергаторы и поверхностно-активные вещества включают полимерные амидные гипердиспергаторы, доступные в компании Noveon под торговой маркой SOLSPERSE 32000 и 39000, и аммониевые соли на полипропиленоксидной основе, такие как хлорид
10 диэтилполипропоксиметиламмония, доступный в компании Degussa под торговой маркой и с обозначением VARIQUAT CC-59, и фосфат диэтилполипропокси-2-гидроксиаммония, доступный в компании Degussa под торговой маркой и с обозначением VARIQUAT CC-42NS, и сложные эфиры кислотных сложных эфиров фосфорной кислоты, такие как RHODAFAC RS-610 и RE 610, доступные в
15 компании Rhodia, и тому подобное. Функция диспергатора заключается в диспергировании частиц пигмента и наполнителя и в предотвращении их агломерирования и осаждения. Диспергатор и/или поверхностно-активное вещество присутствуют в количестве, достаточном для получения непрерывной беспористой
20 пленки и облегчения получения гомогенной композиции. В случае использования чрезмерно большого количества диспергатора может быть оказано негативное влияние на адгезию покрытия к клею. В случае использования чрезмерно малого количества диспергатора композиция может не сформировать гомогенную смесь. Диспергаторы предпочтительно используют в количестве, равном приблизительно 0,5
25 массовой части и более при расчете на массу композиции, а наиболее предпочтительно приблизительно 1,0 массовой части и более. Диспергатор и/или поверхностно-активное вещество предпочтительно используют в количестве, равном приблизительно 10 массовым частям и менее, а наиболее предпочтительно
30 приблизительно 5 массовым частям и менее, при расчете на массу композиции. Обычно концентрацию диспергатора рассчитывают исходя из количества пигмента и/или наполнителя. Поэтому количество диспергатора предпочтительно составляет приблизительно 0,5 массовой части и более при расчете на количество пигмента и наполнителя, более предпочтительно приблизительно 1 массовую часть и более, еще
35 более предпочтительно 5,0 массовой части и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 10 массовых частей и более. Количество диспергатора предпочтительно составляет приблизительно 75 массовых частей и менее при расчете на количество пигмента и наполнителя, а более предпочтительно приблизительно 50
40 массовых частей и менее. Соответствующее количество диспергатора в значительной степени зависит от площади удельной поверхности наполнителей и пигментов и должно соответствующим образом регулироваться.

Композиция может дополнительно содержать поверхностно-активный компонент, присутствующий для улучшения смачивания подложки и внешнего вида покрытия.
45 Может быть использован любой поверхностно-активный компонент, который является подходящим для использования при улучшении смачивания подложки и внешнего вида покрытия. Предпочтительные поверхностно-активные компоненты включают те, которые оказывают ограниченное влияние на адгезию между
50 покрытиями, такие как полидиметилсилоксаны, характеризующиеся низким уровнем содержания силикона, силиконакрилаты, силиконнесодержащие смачиватели/поверхностно-активные вещества, их смеси и тому подобное. Более предпочтительные поверхностно-активные компоненты включают

модифицированные простым полиэфиром полидиметилсилоксаны, характеризующиеся низким уровнем содержания силикона, силиконакрилаты и силиконнесодержащие смачиватели, которые не оказывают неблагоприятного влияния на адгезию между покрытиями, их смеси и тому подобное. Наиболее предпочтительные поверхностно-активные компоненты включают силиконакрилаты, такие как те, которые доступны в компании Tego Chemie (Degussa) под торговой 5 маркой и с обозначением TEGO RAD 2100, 2200N, 2250 и 2300, или серия ВУК UV 3500 (3500, 3510, 3530, 3570), доступная в компании ВУК Chemie, или полиакрилаты, такие как Modaflow от компании UCB, и полидиметилсилоксанакрилатный сополимер ACR Di-10 и ACR Mo-8 от компании Siltech Corporation. Поверхностно-активные 10 компоненты в композиции присутствуют в количестве, достаточном для улучшения внешнего вида поверхности покрытия, смачивания подложки и выравнивания покрытия. Предпочтительно поверхностно-активные компоненты присутствуют в 15 количестве, равном приблизительно 0,05 массовой части и более, еще более предпочтительно приблизительно 0,1 массовой части и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 0,2 массовой части и более, при расчете на массу композиции. Поверхностно-активный компонент предпочтительно присутствует в 20 количестве, равном приблизительно 1 массовой части и менее, более предпочтительно приблизительно 0,5 массовой части и менее, при расчете на массу композиции.

Композиция может дополнительно содержать пеногасители и/или деаэраторы. Композиции изобретения могут вспениваться во время проведения переработки, что может привести к возникновению проблем в отношении характеристик поверхности и 25 внешнего вида покрытия. Могут быть использованы любые пеногаситель и/или деаэратор, которые предотвращают вспенивание или образование пузырьков и которые не оказывают негативного влияния на адгезионные свойства композиции. Предпочтительными пеногасителями являются силиконовые пеногасители, 30 силиконнесодержащие пеногасители, полиакрилатные пеногасители, их смеси и тому подобное. Более предпочтительные пеногасители включают полиакрилатные пеногасители FOAM BLAST™ 20F, FOAM BLAST™ 30 и FOAM BLAST™ 350, доступные в компании Lubrizol; полиакрилатный пеногаситель TEGO AIREX™ 920 и пеногасители на силиконовой основе TEGO AIREX™ 980 или FOAMEX N™, доступные 35 в компании Degussa, или силиконнесодержащий пеногаситель ВУК 1790 от компании ВУК Chemie. Пеногаситель/деаэратор в композициях изобретения присутствуют в количестве, достаточном для предотвращения образования пузырьков и/или пены. В случае использования чрезмерно большого количества может быть 40 оказано негативное влияние на адгезию к желательным поверхностям и клеям. Предпочтительно пеногаситель и/или деаэратор присутствуют в количестве, равном приблизительно 0,05 массовой части и более при расчете на массу композиции, а более предпочтительно приблизительно 0,1 массовой части и более. Предпочтительно пеногаситель/деаэратор присутствуют в количестве, равном приблизительно 1,0 45 массовой части и менее при расчете на массу композиции.

Композиция изобретения может дополнительно содержать ингибиторы полимеризации, которые присутствуют в композиции в целях предотвращения прохождения полимеризации до воздействия условий проведения отверждения. Может 50 быть использован любой ингибитор полимеризации, который предотвращает прохождение полимеризации функциональных групп, присутствующих в композиции. В предпочтительном варианте реализации, когда функциональные группы полимеризуются при воздействии свободных радикалов, могут быть использованы

следующие далее классы ингибиторов полимеризации: гидрохиноны, фенолтиазины, их смеси и тому подобное. В числе предпочтительных ингибиторов полимеризации находятся 4-метоксифенол (MEHQ), фенолтиазин, XENOXYL, доступный в компании Avencia, IRGASTAB UV 10 от компании Ciba, ADDITIVE™ 01-468

5

или GENORAD™ 16, доступный в компании Rahn. Наиболее предпочтительным ингибитором полимеризации является фенолтиозин. В общем случае ингибитор полимеризации присутствует в количестве, достаточном для ингибирования прохождения полимеризации до воздействия условий проведения полимеризации.

10

Ингибитор полимеризации не должен присутствовать в таком количестве, при котором в условиях желательного воздействия свободных радикалов композиция не будет подвергаться полимеризации. Предпочтительно ингибитор полимеризации присутствует в количестве, равном приблизительно 0,05 массовой части и более, более предпочтительно приблизительно 0,1 массовой части и более, а наиболее предпочтительно приблизительно 0,2 массовой части и более, при расчете на массу композиции. Предпочтительно ингибитор полимеризации присутствует в количестве, равном приблизительно 2 массовым частям и менее, а более предпочтительно приблизительно 1 массовой части и менее, при расчете на массу композиции.

15

20

Композиция может дополнительно содержать соединения или полимеры, которые улучшают водостойкость и/или адгезию композиции к подложке. В числе соединений, подходящих для использования в данных целях, находятся полибутадиенакрилаты, силилированные полимеры (такие, как продукты реакции между изоцианатосиланами и гидроксифункциональными акрилатами или аминосиланами и

25

мультифункциональными акрилатами). Для улучшения атмосферостойкости могут быть добавлены следующие компоненты: пространственно затрудненные аминовые светостабилизаторы, известные специалистам в соответствующей области техники, такие как TINUVIN™ 123 или 5100 от компании Ciba Geigy или SANDUVOR™ TB-02

30

или 3058 от компании Clariant, поглощающие ультрафиолетовое излучение стабилизаторы, известные специалистам в соответствующей области техники, такие как TINUVIN™ 400 или 1130, доступные в компании Ciba Geigy, SANDUVOR™ PR-31, доступный в компании Clarion, или HOMBITEC™ RM 300, доступный в

35

компании Sachtleben. Композиции могут дополнительно содержать антиоксиданты, такие как те, которые хорошо известны специалистам в соответствующей области техники, например IRGANOX™ 1035 или 1076 от компании Ciba Geigy или ETHANOX™ 376 и ETHAPHOS™ 368 от компании Albemarle. Для улучшения гидролитической стойкости композиции композиция также может содержать

40

акцепторы влаги. Может быть использован любой известный на современном уровне техники акцептор влаги, который не оказывает помех функционированию композиции. В числе предпочтительных акцепторов влаги находятся винилтриметоксисилан, триэтилортоформиат, триэтилортоацетат и порошкообразные молекулярные сита, такие как SYLOSIV™, доступные в компании Grace Davison.

45

В целях улучшения твердости и абразивостойкости композиция может дополнительно содержать акрилаты коллоидального диоксида кремния. В числе предпочтительных акрилатов коллоидального диоксида кремния находятся дисперсии наночастиц диоксида кремния в акрилатах, таких как изоборнилакрилат, гександиолдиакрилат, трипропиленгликольакрилат, пропоксилированный неопентилгликольдиакрилат, пропоксилированный глицерилтриакрилат или акрилатные олигомеры. Такие дисперсии доступны в компании Clariant под торговой

50

маркой HIGHLINK NANO и в компании Hanse-Chemie под торговой

маркой NANOCRYL. Для улучшения у покрытий твердости и стойкости к царапанию также можно было бы использовать и дисперсии наночастиц коллоидального оксида алюминия в акрилатных мономерях, такие как NANODUR от компании Nanophase Technologies или NANOBLYK от компании BLYK-Chemie. В дополнение к этому для

5 дополнительного улучшения стойкости к царапанию и характеристик скольжения можно было бы использовать дисперсии полиэтиленового, политетрафторэтиленового или полипропиленового воска в акрилатных мономерях, такие как EVERGLIDE или серия продуктов S-390 от компании Shamrock Technologies.

10 В альтернативном варианте воск можно добавлять в форме порошка. Дисперсии воска предпочтительно присутствуют в количестве, равном приблизительно 0,5 массовой части и более, а предпочтительно приблизительно 1 и более. Дисперсия воска присутствует в количестве, равном приблизительно 10 массовым частям и менее, предпочтительно 5 массовым частям и менее, при расчете на массу покрытия.

15 Для улучшения гибкости и адгезии покрытий также можно использовать и пластификаторы или каучуковые эластификаторы. Могут быть использованы любые известные на современном уровне техники пластификатор или эластификатор, которые улучшают гибкость или ударную вязкость покрытия и которые не ухудшают желательных свойств покрытий изобретения. Предпочтительными пластификаторами являются термопластичные акриловые гранулированные смолы, такие как термопластичные акриловые гранулированные смолы ELVACITE™ от

20 компании Lucite (Ineos Resins) или смолы NYCAR от компании Noveon.

25 Композиция покрытия предпочтительно характеризуется вязкостью, которая делает возможной ее переработку, то есть подачу насосом и нанесение, и которая облегчает получение беспористой пленки при нанесении покрытия на подложку. Удельную вязкость, которую можно использовать, будет определять способ нанесения. Например, рецептуры для трафаретной печати потребуют использования

30 более высокой вязкости в сопоставлении с рецептурами, используемыми для струйной печати. Например, в случае нанесения композиции по способу трафаретной печати композиция обычно будет характеризоваться вязкостью, равной приблизительно 2000 сантипуаз и более, а более предпочтительно приблизительно 5000. Предпочтительно композиция характеризуется вязкостью, равной 50000 сантипуаз и менее. В случае

35 нанесения композиции по способу струйной печати композиция будет характеризоваться вязкостью, равной 5 сантипуаз и более. Предпочтительно композиция характеризуется вязкостью, равной 50 сантипуаз и менее. В случае нанесения композиции на подложку по способу распыления композиция будет

40 характеризоваться вязкостью, равной 5 сантипуаз и более. Предпочтительно композиция характеризуется вязкостью, равной 100 сантипуаз и менее.

Композицию изобретения можно получить в результате введения ингредиентов в контакт друг с другом и их перемешивания. Способы и оборудование, необходимые для достижения этого, хорошо известны специалистам в соответствующей области

45 техники. Материалы вводят в контакт в условиях таких, чтобы получилась бы стабильная гомогенная дисперсия. Могут быть использованы любые оборудование и способы, которые обеспечат достижение данного результата. Материалы можно вводить в контакт при температуре в диапазоне от приблизительно температуры

50 окружающей среды (приблизительно 20-25°C) до приблизительно 60°C, а предпочтительно при температуре окружающей среды. Компоненты можно перемешивать на воздухе, а предпочтительно их перемешивают в сухой среде для улучшения гидrolитической стойкости композиции. Материалы перемешивают в

течение периода времени, достаточного для получения гомогенной дисперсии.

Предпочтительно материалы перемешивают в течение приблизительно 60 минут и более, более предпочтительно приблизительно 90 минут и более. Предпочтительно материалы перемешивают в течение периода времени, равного приблизительно 240 минутам и менее, а более предпочтительно приблизительно 180 минутам и менее. В случае чрезмерно большого размера частиц и пигментов в дисперсии частицы или покрытие, полученное из композиции, могут иметь неудовлетворительный внешний вид. Поэтому желательным является присутствие наполнителя и пигмента с размером частиц, который позволяет проводить диспергирование в композиции и который делает возможным получение беспористого непрерывного покрытия, которое обладает разумными гибкостью и внешним видом. В случае чрезмерно большого размера частиц композицию можно будет подвергнуть воздействию стадии измельчения. Данное измельчение можно проводить в любом оборудовании, известном специалистам в соответствующей области техники своей пригодностью для проведения такого измельчения (то есть оборудование для размалывания в шаровой мельнице, для размалывания при помощи мелющих тел в горизонтальной или вертикальной компоновках, для размалывания в песочной или галечной мельнице и тому подобное). Предпочтительно размер частиц составляет величину, равную или меньшую 10 микрон, а более предпочтительно меньшую 5 микрон. Как только композиция будет перемешана до получения гомогенного раствора и размеры частиц будут доведены до величин, необходимых для композиции, покрытие можно будет отправлять на хранение. Предпочтительно композицию хранят в сухой среде, что предотвращает возникновение ее нестабильности. В предпочтительном варианте реализации перед добавлением наполнителей и/или пигментов в композиции покрытий изобретения их диспергируют в реакционно-способном разбавителе при помощи диспергаторов. В случае чрезмерно большого размера частиц пигментов или наполнителей дисперсии перед их добавлением к композициям изобретения подвергают воздействию стадии измельчения.

Покрытие можно наносить на стекло или пластик с нанесенным покрытием по любым способам, известным специалистам в соответствующей области техники. Его можно наносить обычно используемым способом, таким как с использованием кисти, валика, распыления на поверхности, струйной печати, трафаретной печати и тому подобного. Предпочтительно композицию можно наносить при использовании робототехнических устройств для нанесения. Такие устройства хорошо известны специалистам в соответствующей области техники. После нанесения покрытия на поверхность подложки покрытие подвергают воздействию условий проведения полимеризации, то есть условий, которые вызывают прохождение в композиции полимеризации. В случае композиций, у которых функциональные группы пленкообразующей смолы и других реакционно-способных компонентов являются теми, которые вступают в реакцию при воздействии свободных радикалов, это означает проведение определенных операций, которые приводят к иницированию катализатором или инициатором образования свободных радикалов и прохождения свободно-радикальной полимеризации. В предпочтительном варианте реализации катализатором или инициатором является фотоинициатор, а прохождение полимеризации инициируют в результате воздействия на композицию облучения, такого как ультрафиолетовым излучением или электронным пучком. Источником энергии, используемым для обеспечения сшивания радиационно-чувствительной функциональности, могут являться актиничное излучение (например, излучение,

характеризующееся длиной волны в ультрафиолетовой или видимой области спектра), ускоренные частицы (например, излучение электронного пучка), термическое излучение (например, тепловое или инфракрасное излучение) и тому подобное.

5 Предпочтительно источником энергии является актиничное излучение или ускоренные частицы, поскольку такой источник энергии обеспечивает получение превосходного управления иницированием и скоростью сшивания. В дополнение к этому актиничное излучение и ускоренные частицы можно использовать для проведения отверждения при относительно низких температурах. Это предотвращает деструкцию
10 компонентов, которые могут оказаться восприимчивыми к воздействию относительно высоких температур, которые могут потребоваться для иницирования сшивания радиационно-отверждаемых групп при использовании методик термического отверждения. Подходящие для использования источники актиничного излучения включают ртутные лампы, безэлектродные лампы, ксеноновые лампы, дуговые
15 угольные лампы, лампы накаливания с вольфрамовой нитью, лазеры, энергию электронного пучка, солнечный свет и тому подобное. Наиболее предпочтительным является ультрафиолетовое излучение, в особенности от ксеноновых ламп, ртутных ламп среднего давления или безэлектродных ламп. Предпочтительно инициатором является фотоинициатор, и в данном варианте реализации прохождения
20 полимеризации иницируют в результате воздействия ультрафиолетового излучения. Количеством излучения, воздействию которого подвергают композицию, является то количество, которое в присутствии фотоинициатора в результате приведет к иницированию прохождения свободно-радикальной полимеризации и обеспечит
25 получение желательных конечных свойств покрытия.

В варианте реализации, в котором непрозрачное покрытие является многоцветным, каждый цвет осаждают из отдельной композиции покрытия. Отдельные композиции покрытий можно наносить последовательно или одновременно. Каждое покрытие
30 можно наносить на свой собственный участок подложки из стекла или на одно или несколько покрытий, нанесенных ранее. В случае нанесения покрытий на отдельные участки отверждение для покрытий можно проводить для всех одновременно или последовательно после первоначального нанесения. В случае нанесения одного или нескольких покрытий на предшествующее покрытие ранее нанесенное покрытие
35 необходимо отверждать до нанесения последующего покрытия.

В еще одном варианте реализации изобретением является стекло, имеющее отвержденное покрытие изобретения, осажденное на поверхности. Стекло может быть плоским или профилированным. В число профилированных стекол включается
40 стекло, имеющее искривленную поверхность. Стекло с нанесенным покрытием изобретения можно использовать в любых вариантах использования, в которых известно использование стекла специалистом в соответствующей области техники. Предпочтительно стекло используют в качестве окна. Предпочтительно перед нанесением покрытия проводят предварительное профилирование стекла.
45 Предпочтительно отвержденное покрытие характеризуется абразивостойкостью такой, чтобы по завершении 500 циклов, соответствующих испытанию согласно документу ASTM D1044, покрытие сохраняло бы светопропускание, меньшее чем 1 процент. Предпочтительно покрытие характеризуется абразивостойкостью, соответствующей приблизительно $\Delta T < 1$ процент, более предпочтительно
50 приблизительно $\Delta(\text{процент } T) < 0,75$ процента, а наиболее предпочтительно приблизительно $\Delta(\text{процент } T) < 0,5$ процента, как это определяют в соответствии с испытанием согласно документу ASTM D1044.

Стекло с нанесенным покрытием предпочтительно используют в качестве окна и предпочтительно используют в качестве окна в здании.

Клеем, который можно использовать в случае изделий с нанесенным покрытием изобретения, может являться любой известный клей, подходящий для использования при склеивании стекла. В одном варианте реализации клей может быть изоцианатфункциональным, силоксифункциональным или представлять собой комбинацию изоцианат- и силоксифункциональных клеев, которые отверждаются при воздействии влаги. В системе изобретения можно использовать любой изоцианатфункциональный клей, который разработан для приклеивания к непористым поверхностям, таким как в случае металла, пластика с нанесенным покрытием и/или стекла. Примеры подходящих для использования клеевых систем описываются в патенте США №4374237, патенте США №4687533, патенте США №4780520, патенте США №5063269, патенте США №5623044, патенте США №5603798, патенте США №5852137, патенте США №5976305, патенте США №5852137, патенте США №6512033, при этом соответствующие части включаются посредством ссылки в настоящий документ. Примерами коммерческих клеев, которые можно использовать в настоящем изобретении, являются клеи BETASEAL™ 15630, 15625, 61355, доступные в компании The Dow Chemical Company, клеи для ветровых стекол EFBOND™, доступные в компании Eftec, клеи WS 151™, WS212™, доступные в компании Yokohama Rubber Company, и клеи SIKAFLEX™, доступные в компании Sika Corporation.

В одном варианте реализации клеевая композиция изобретения содержит полимер, имеющий гибкую основную цепь и содержащий силановые фрагменты, способные участвовать в силанольной конденсации. Полимером, имеющим гибкую основную цепь, может являться любой полимер, имеющий гибкую основную цепь, которая может быть функционализирована силаном, способным участвовать в силанольной конденсации. В числе предпочтительных полимерных основных цепей находятся простые полиэферы, полиуретаны, полиолефины и тому подобное. В числе более предпочтительных полимерных основных цепей находятся простые полиэферы и полиуретаны, при этом наиболее предпочтительными являются простые полиэферы. Примерами таких клеевых композиций являются те, которые описываются в документе Mahdi, US 2002/01550 A1. Еще более предпочтительно полимером является простой полиэфир, содержащий силановые фрагменты, способные участвовать в силанольной конденсации. В некоторых вариантах реализации полимерами, подходящими для использования в изобретении, являются полимеры, описанные в патенте США №4906707 авторов Yukimoto et al.; патенте США №5342914 авторов Iwakiri et al.; патенте США №5063270 автора Yukimoto; патенте США №5011900 авторов Yukimoto et al. или патенте США №5650467 авторов Suzuki et al., все из которых включаются посредством ссылки в настоящий документ. В еще одном варианте реализации полимером может являться основная цепь на полиуретановой основе, имеющая гидролизуемые силановые группы. Такие материалы описываются в патенте США №4622369 автора Chang и патенте США №4645816 автора Pohl, при этом соответствующие части включаются посредством ссылки в настоящий документ. В еще одном варианте реализации основной цепью может являться гибкий полимер, такой как простой полиэфир или полиолефин, содержащие кремнийсодержащие фрагменты, связанные с ними. Гибкий полимер, содержащий ненасыщенность, можно вводить в реакцию с соединением, содержащим атом водорода или гидроксильный фрагмент, связанные с атомом кремния, где кремнийсодержащий фрагмент также

имеет одну или несколько углеродных цепей, содержащих ненасыщенность. Кремнийсодержащее соединение может присоединяться к полимеру по месту нахождения ненасыщенности в результате прохождения реакции гидросилилирования. Данная реакция описывается у автора Kawakubo в патенте США №4788254, в колонке, строках от 38 до 61; патентах США №3971751; 5223597; 4923927; 5409995 и 5567833, включенных посредством ссылки в настоящий документ. Полученный полимер можно сшивать в присутствии сшивателя по механизму реакции гидросилилирования и катализатора гидросилилирования, описанных в патенте США №5567833, в колонке 17, строках от 31 до 57, и патенте США №5409995, включенных посредством ссылки в настоящий документ.

Полиизоцианатфункциональные клеи, подходящие для использования в изобретении, в общем случае содержат форполимер, содержащий изоцианатную функциональность, катализатор отверждения форполимера и другие добавки, хорошо известные специалистам в соответствующей области техники. Форполимерами, используемыми в изобретении, могут являться обычные форполимеры, используемые в полиуретановых клеевых композициях. В предпочтительном варианте реализации форполимеры смешивают с соединением или полимером, содержащими силановую функциональность. В еще одном предпочтительном варианте реализации форполимер содержит силановую функциональность, а также изоцианатную функциональность. Уретановый форполимер, содержащий силановую функциональность, можно использовать в качестве всего форполимера, используемого в клее, или его можно смешивать с форполимером, который не содержит силановой функциональности.

В общем случае способ приклеивания стекла, такого как в случае окна, к подложке включает нанесение клея на поверхность стекла вдоль части стекла, которое необходимо приклеить к конструкции и которое имеет нанесенную на него в виде покрытия композицию данного изобретения. После этого клей вводят в контакт со второй подложкой таким образом, чтобы клей был бы расположен между стеклом и второй подложкой. Клею дают возможность отвердиться до получения долговечного клеевого соединения между стеклом и подложкой. В предпочтительном варианте реализации одной подложкой является стекло, а другой подложкой является подложка из пластика, металла, стекловолокна или композита (например, отвержденный листовый формовочный материал), которая необязательно может являться окрашенной. В общем случае клеи наносят при температуре окружающей среды в присутствии атмосферной влаги. Воздействие атмосферной влаги является достаточным для достижения в результате отверждения клея. Отверждение можно дополнительно ускорить в результате подвода тепла к отверждающемуся клею благодаря нагреванию теплом конвекции или микроволновому нагреванию.

В еще одном варианте реализации клеем может являться отверждаемый по требованию клей, который характеризуется наличием гибкой цепи, имеющей функциональные группы, и который дополнительно содержит инкапсулированный отвердитель для клея. Такой клей описывается в патенте США №6355127, при этом соответствующие части включаются посредством ссылки в настоящий документ. Отверждаемый по требованию клей можно наносить в момент времени и по месту, удаленные от момента времени и места установки окна в конструкцию. Обычно клей непосредственно перед введением окна в контакт с конструкцией подвергают воздействию условий, которые приводят к высвобождению инкапсулированного отвердителя для начала отверждения клея. Этого обычно добиваются в результате воздействия на клей тепла, которое расплавляет инкапсулирующее вещество и

высвобождает отвердитель, тем самым начиная отверждение клея. В еще одном варианте реализации клеем может являться медленно отверждающийся полиуретановый клей, содержащий кристаллический сложный полиэфир. Перед введением окна в контакт с конструкцией, в которую его вклеивают, такой клей нагревают для того, чтобы добиться получения характеристик клейкого горячего расплава и обеспечить быстрое достижение когезионной прочности в невулканизованном состоянии при охлаждении. Такой клей можно транспортировать от удаленного места к месту, где окно будет введено в контакт с конструкцией.

В общем случае окно размещают в конструкции согласно следующему далее способу. Реализацию способа начинают с окна, имеющего покрытие из композиции для стекла, расположенное на внешней поверхности окна, где композиция является отвержденной. Такое окно имеет полосу клея, описанного в настоящем документе и нанесенного по периметру окна на покрытие. Окно, имеющее нанесенный на него клей, вводят в контакт с оконным фланцем, располагая клей между окном и конструкцией. Клею дают возможность отвердиться.

Что касается полиуретановых форполимеров, то среднюю изоцианатную функциональность и молекулярную массу определяют в соответствии с патентом США №6512033 автора Wu, колонкой 11, строками от 3 до 29 и патентом США №5922809 автора Bhat, фрагментом от колонки 12, строки 65 до колонки 13, строки 26, включенными посредством ссылки в настоящий документ.

Композиции изобретения можно использовать для ремонта дефектных или поврежденных покрытий. Покрытия могут быть органическими, неорганическими или представлять собой их смесь. Композиции изобретения можно наносить на поврежденную или дефектную часть покрытия и подвергать воздействию условий проведения отверждения. Например, при использовании покрытий изобретения можно отремонтировать поврежденное покрытие на окне. При использовании композиций изобретения можно обеспечить получение надлежащего цвета отремонтированного покрытия.

Композиции можно использовать в любой области применения, в которой требуется наличие на стекле покрытия, например для зданий, транспортных средств, мебели, электрических приборов, контейнеров (для напитков, товаров бытовой химии и тому подобного) и тому подобного.

Конкретные варианты реализации изобретения

Следующие далее примеры включаются только для целей иллюстрации и не предполагают ограничения собой объема изобретения. Если только не будет указано другого, то все части и процентные величины являются массовыми.

Примеры 1-9

Несколько рецептов покрытий изобретения получали так, как это описывается в настоящем документе далее. Следующие далее компоненты добавляли в чашу Max 60 и подвергали скоростному перемешиванию в течение 30 минут для обеспечения полного растворения ингибитора и диспергатора и для смачивания пигментов и наполнителей смолы.

						Таблица 1	
Примеры	От 1 до 7	От 1 до 7	8	8	9	9	
компонент	Граммы	Массовый процент	Граммы	Массовый процент	Граммы	Массовый процент	
изоборнилакрилат	24,600	16,400	11,480	16,4	11,165	15,950	
Трипропиленгли- кольдиакрилат	12,225	8,150	5,705	8,150	5,705	8,150	

	акриловая кислота	8,940	5,960	4,172	5,960	4,172	5,960
	акрированный полисилоксан ¹	0,600	0,400	0,280	0,400	0,280	0,400
	ингибитор ²	0,750	0,500	0,350	0,500	0,350	0,500
5	диспергатор ³	0,675	0,450			0,630	0,900
	уретанакрилат ⁴	42,960	28,640	20,048	28,60	20,048	28,640
	технический углерод ⁵	6,750	4,500	3,150	4,500	3,150	4,500
	оксид алюминия ⁶	52,500	35,000	24,500	35,000	24,500	35,000
	Итого	150,000	100,000	70,000	100,00	70,000	100,00

10

1. Акрилированная полисилоксановая добавка TEGO RAD™ 2100, доступная в компании Tego Chemie (Degussa).
2. Ингибитор свободно-радикальной полимеризации ADDITIVE™ 01-468 от компании Rahn.
3. Полимерный амидный гипердиспергатор SOLSPERSE™ 32000 от компании Avesia.
4. Уретанакрилат CN™ 985B88 от компании Sartomer в виде смеси алифатического уретанакрилата, триакрилатного мономера и гександиолакрилата.
5. Технический углерод MOGUL™ E от компании Cabot.
6. Порошкообразный альфа-оксид алюминия RC-LS DBM от компании Baikowski-Malakoff.

15

После проведения скоростного перемешивания рецептуру и 8-миллиметровые мелющие тела из диоксида циркония, стабилизированного оксидом магния, добавляли в пластиковую емкость для проведения размалывания NALGENE™ объемом в 8 унций (237 мл). Смесь подвергали размалыванию в шаровой мельнице в течение 24 часов. Мелющие тела добавляли таким образом, чтобы они покрывали бы только от 1/3 до 1/2 рецептуры. Смесь подвергали размалыванию в шаровой мельнице в течение 24 часов. После проведения размалывания в шаровой мельнице добавляли дополнительные компоненты, продемонстрированные далее.

25

Таблица 2								
Пример	1, 6	1, 6	2-5, 7	2-5, 7	8	8	9	9
компонент	Грамм	Массовый процент	Грамм	Массовый процент	Грамм	Массовый процент	Грамм	Массовый процент
рецептуры, измельчен-ные в шаровой мельнице	15	86,21	14,6505	84,20	15	86,21	10	86,21
Фотоиници-атор	0,9	5,17	0,9	5,17	0,9	5,17	0,6	5,17
35 промотор адгезии	1,5	8,62	1,5	8,62	1,5	8,62	1	8,62
клеи в примерах 2-5 и 7	-	-	0,3495	2,01	-	-	-	-
Итого	17,4	100,0	17,4	100,00	17,4	100,00	11,6	100,00

30

35

Добавляемые компоненты из таблицы 2 добавляли в следующей далее последовательности. Добавляли фотоинициатор в виде альфа-аминокетонного фотоинициатора IRGACURE™ 379, доступного в компании Ciba Geigy, и смесь перемешивали на плите магнитной мешалки в течение, по меньшей мере, одного часа. После этого добавляли промотор адгезии в виде промотора адгезии SILQUEST™ A1170 (бис(3-метоксисилилпропил)амин), доступного в компании GE Silicones, и смесь перемешивали на плите магнитной мешалки в течение, по меньшей мере, одного часа. После этого добавляли конкретные добавки для каждого из примеров от 2 до 5 и 7 и смесь перемешивали на плите магнитной мешалки в течение, по меньшей мере, 1 часа. Добавки представляли собой для примера 2 пропилтриметоксиизоцианатосилан SILQUEST™ A-Link 35; для примера 3 изоцианатэтилметакрилат KARENZ™ MOI от компании Kowa/San Esters; для примера 4 титанат TYZOR™ TnBT от компании DuPont; для примера 5

50

тетраэтилортосиликат и для примера 7 пространственно затрудненный аминовый стабилизатор TINUVIN™ 123 от компании Ciba. В примере 6 фотоинициатор IRGACURE™ 379 заменяли на патентованный смесевой фотоинициатор SPEEDCURE™ 3040, доступный в компании Lambson/Aceto Corporation.

5 Покрyтия наносили на сторону олова у стекла при помощи вытянутого прутка номер 15 и отверждали под действием УФ-излучения при помощи лампы Fusion D при 600 Вт/дюйм, расстоянии от лампы до детали (РЛД) 1,5 дюйма (3,8 см), 10 фут/мин, 1 проходе. Сторона олова у стекла представляет собой ту сторону, которая
10 светится голубым светом под флуоресцентной УФ-лампой.

Образцы подвергали испытанию при использовании трех различных клеевых рецептур: изоцианатфункционального клея BETASEAL™ 15625 (здесь и далее в настоящем документе клей 1), изоцианат- и силанфункционального клея BETASEAL™ 15630 (здесь и далее в настоящем документе клей 2) и
15 изоцианатфункционального клея BETASEAL™ 61355 (здесь и далее в настоящем документе клей 3). Образцы получали в соответствии с описанным далее испытанием QKA. После нанесения клея панели из стекла с нанесенным покрытием, имеющие нанесенный на них клей, перед проведением испытания QKA подвергали
20 воздействию различных условий окружающей среды. Условия воздействия описываются следующим образом: отверждение клея в течение 7 дней при 23°C и 50-процентной относительной влажности (ОВ) (условие 1); 14 дней при 90°C (условие 2); 4 недели при 90°C (условие 3); 14 дней при 38°C и 100-процентной ОВ (условие 4); 4 недели при 38°C и 100-процентной ОВ (условие 5); отверждение в течение 7 дней при
25 23°C и 50-процентной ОВ, а после этого пребывание в водяной бане при 90°C в течение 1 дня, 2 дней, 5 дней и 6 дней (условие 6); образцы с нанесенным покрытием (без клея) нагревали при 90°C в течение 31 дня воздействия от пребывания в водяной бане при 90°C в течение 30 дней (условие 7); воздействие от пребывания при 30°C и 80-
30 процентной ОВ в течение 30 дней (условие 8), а после этого воздействие от пребывания в водяной бане при 90°C в течение от 1 до 5 дней (условие 9). Образцы также подвергали воздействию условий в везерометре в течение 1000 часов (условие 10) и 2000 часов (условие 11) по истечении 7 дней отверждения при 23°C и 50-процентной ОВ. Результаты скомпилированы в таблице 3. КР обозначает когезионное разрушение,
35 и полоска клея разрывается по материалу полоски. АР обозначает адгезионное разрушение, при котором разрушается клеевое соединение между клеем и подложкой и клей отслаивается от поверхности. В таблице 2 приведенные процентные величины обозначают процент отслаивания покрытия. Для условий от 1 до 3 и 8 в случае
40 клеев 1, 2 и 3 результаты быстрого испытания на адгезию при помощи ножа в примерах от 1 до 9 продемонстрировали 100-процентное когезионное разрушение. Остальные результаты скомпилированы в таблице 3.

45

50

Таблица 3

Условие	Пример/клей	1	2	3	4	5	6	7	8	9
4	1	100КР	100КР	0КР	0КР	0КР	100КР	0КР	100КР	100КР
4	2	100КР								
4	3	100КР	100КР	110КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
5	1	0КР	0КР	0КР	0КР	0КР	100КР	0КР	0КР	100КР
5	2	100КР	100КР	100КР	50КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
5	3	100КР								
6, 1 день	1	20-30КР	100КР	100КР	70КР, 30PF	100КР	100КР	0КР	80КР, 20AP	100КР
6, 1 день	2	100КР	100КР	100КР	90КР, 10PF	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
6, 1 день	3	100КР	100КР	100КР	90КР, 10PF	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
6, 2 дня	1	0КР	0КР	0КР	0КР	0КР	70-80КР		0КР	0КР
6, 2 дня	2	100КР	100КР	100КР	90КР, 10PF	100КР	100КР		100КР	100КР
6, 2 дня	3	100КР	100КР	100КР	50КР, 50PF	100КР	100КР		100КР	100КР
6, 5 дней	1						0КР			
6, 5 дней	2	90КР, 10AP	100КР	Покрывтие отслаивается	90КР, 10PF	100КР	100КР		100КР	20КР
6, 5 дней	3	90КР, 10AP	100КР	Покрывтие отслаивается	50КР, 50PF	100КР	100КР		100КР	100КР
6, 6 дней	1									
6, 6 дней	2	90КР, 10AP	90КР, 10AP		100КР	90КР	100КР		100КР	0КР
6, 6 дней	3	90КР, 10AP	90КР, 10AP		100КР	90КР	100КР		100КР	0КР
7, 2 дня	отсутствует	С покрытием все в порядке								
7, 3 дня	отсутствует	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке		5 процентов	С покрытием все в порядке				
7, 6 дней	отсутствует	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке		10 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке	5 процентов
7, 7 дней	отсутствует	5 процентов	С покрытием все в порядке		15 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке	15 процентов
7, 10 дней	отсутствует	5 процентов	С покрытием все в порядке		40 процентов	10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке	15 процентов
7, 13 дней	отсутствует	5 процентов	10 процентов		100 процентов	10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	С покрытием все в порядке	50-60 процентов
7, 17 дней	отсутствует	5 процентов	15 процентов			10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	
7, 20 дней	отсутствует	5 процентов	25 процентов			10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	
7, 24 дня	отсутствует	5 процентов	50 процентов			10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	
7, 27 дней	отсутствует	5 процентов				10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	
7, 34 дней	отсутствует	5 процентов				10 процентов	5 процентов	С покрытием все в порядке	5 процентов	
9, 1 день	1	30КР, 70AP	100КР	20КР	50КР, 50PF	40КР, 60AP	100КР	0КР	30КР, 70AP	100КР
9, 1 день	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
9, 1 день	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
9, 2 дня	1	0КР	1 при 0КР, 1 при 80КР	0КР	30КР, 70PF	0КР	100КР	0КР	0КР	90КР, 10AP
9, 2 дня	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
9, 2 дня	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	100КР	100КР
9, 3 дня	1		0КР	100PF	0КР		0КР		0КР	0КР
9, 3 дня	2	100КР	100КР	100PF	100КР	100КР	100КР		100КР	100КР
9, 3 дня	3	100КР	100КР	100PF	100КР	100КР	100КР		100КР	100КР
9, 4 дня	1									
9, 4 дня	2	100КР	100КР		100КР	100КР	100КР		100КР	80КР, 20PF
9, 4 дня	3	100КР	100КР		100КР	100КР	100КР		100КР	60КР, 40PF
9, 5 дней	1									
9, 5 дней	2	100КР	100КР		100КР	100КР	100КР		100КР	80КР, 20PF
9, 5 дней	3	100КР	100КР		100КР	100КР	100КР		100КР	60КР, 40PF
10	1	100КР	0КР							
10	2	AP; 1 при 20КР, 80AP	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	
10	3	70AP; 1 при 50КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	
11	1	100КР	0КР	0КР	100КР	100КР	1 при 80КР	100КР	0КР	100PF
11	2	100КР	0КР	1 при 10КР	100PF	100КР	1 при 40КР, 1 при 0КР	100КР	0КР	100PF
11	3	100КР	0КР	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР	100PF

Быстрое испытание на адгезию при помощи ножа (QKA)

В данном испытании по мере оттягивания клея от подложки на межфазной поверхности клей/подложка делают надрезы при помощи острого ножа. Результаты приведены в виде процента когезионного разрушения (разрушения по материалу уретанового клея), при этом желательным результатом является 100-процентное КР (когезионное разрушение). Альтернативным режимом разрушения является адгезионное разрушение, которое представляет собой разрушение клеевого соединения между клеем и поверхностью подложки.

Пример 10

Использовали следующий далее порядок добавления компонентов:

изоборнилакрилат (GENOMER™ 1121, Rahn), 12,70 г, трипропиленгликольдиакрилат (TRPGDA™, UCB), 6,00 г, акриловая кислота (от компании Acros Organics), 5,34 г, тетраэтилортосиликат (чистый SILBOND™, SILBOND), 5,00 г, модифицированный простым полиэфиром полидиметилсилоксан (БЫК™ UV 3510, БЫК-Chemie), 0,36 г, ингибитор полимеризации (ADDITIVE™ 01-468, Rahn), 0,50 г, полимерный диспергатор (SOLSPERSE™ 32000, Avecia), 2,20 г, и алифатический уретанакрилатный

олигомер (CN™ 985B88, Sartomer), 21,10 г. Компоненты добавляли в «чашу Max 60» от компании Flack Tek, а после этого подвергали скоростному перемешиванию при использовании смесителя Hauschild Speed Mixer DAC 150 FVZ-K при 1000-1500 об/мин в течение 4 минут. Для обеспечения получения гомогенной рецептуры процесс перемешивания повторяли еще раз в течение еще 4 минут. После этого данную гомогенную рецептуру выливали в пластиковую емкость NALGENE™ объемом в 8 унций (237 мл), затем добавляли сажевый наполнитель (MOGUL™ E, Cabot), 11,00 г, и оксид алюминия (RC LS DBM, Baikowski-Malakoff), 32,02 г. Жидкую рецептуру смолы, технического углерода и оксид алюминия перемешивали вручную при помощи деревянного языкодержателя, добиваясь смачивания пигментов/наполнителей смолой. После этого в емкость NALGENE™ добавляли 100 граммов цилиндрических мелющих (дробящих) тел из диоксида циркония, стабилизированного оксидом магния, (диаметр=88 мм, высота=8 мм). После этого емкость NALGENE™, содержащую все вышеупомянутые компоненты, размещали на вальцовой дробилке при настройке по шкале 50 и в течение ночи (от 12 до 20 часов) проводили размалывание для того, чтобы разрушить любые твердые агломераты и надлежащим образом диспергировать пигменты/наполнители в жидкой смоле. После проведения размалывания в стеклянную емкость объемом в 1 унцию (30 мл) добавляли 20 граммов рецептуры, подвергнутой размалыванию в шаровой мельнице, а после этого добавляли 0,4 г альфа-гидроксикетонного фотоинициатора (IRGACURE™ 184, Ciba), 0,8 г альфа-аминокетонного фотоинициатора (IRGACURE™ 369, Ciba) и 0,1 г моноацилфосфиноксидного фотоинициатора (LUCIRIN™ TPO, BASF). Для растворения твердых фотоинициаторов смесь в течение, по меньшей мере, 1 часа перемешивали на плите магнитной мешалки при помощи якоря магнитной мешалки. После этого добавляли 2 г бис(3-триметоксисилилпропил)амин (SILQUEST™ A-1170, GE Silicones).

Смесь перемешивали на плите магнитной мешалки в течение приблизительно 1,5 часов. Получающаяся в результате композиция содержит перечисленные компоненты с конечными массовыми процентными содержаниями.

Таблица 4	
Компонент	Массовый процент
изоборнилакрилат	11,33
трипропиленгликольдиакрилат	5,35
акриловая кислота	4,76
тетраэтилортосиликат	4,46
модифицированный простым полиэфиром полидиметилсилоксан	0,32
ингибитор полимеризации (ADDITIVE™ 01-468, Rahn)	0,45
полимерный диспергатор (SOLSPERSE™ 32000, Avecia)	1,96
алифатический уретанакрилат (CN™ 985B88, Sartomer)	18,82
сажевый наполнитель (MOGUL™ E, Cabot)	9,81
оксид алюминия (RC LS DBM, Baikowski-Malakoff)	28,56
альфа-гидроксикетонный фотоинициатор (IRGACURE™ 184, Ciba)	1,72
альфа-аминокетонный фотоинициатор (IRGACURE™ 369, Ciba)	3,43
моноацилфосфиноксидный фотоинициатор (LUCIRIN™ TPO, BASF)	0,43
Бис(3-триметоксисилилпропил)амин	8,58

Перед нанесением покрытия подложки из известково-натриевого флот-стекла от компании Cat-I Manufacturing (4 дюйма (10,2 см)×4 дюйма (10,2 см)×5 мм толщины) очищали при помощи хлопчатобумажной салфетки, пропитанной изопропанолом, для удаления любых поверхностных загрязнений. После очищения подложек из стекла композицию покрытия наносили на «сторону олова» у подложек из стекла при

использовании проволочного прутка номер 10 до получения толщины сухого пленочного покрытия, равной приблизительно 10 микрон (0,01 мм). По истечении времени контакта в 1 минуту покрытие подвергали отверждению под действием УФ-излучения на воздухе в течение менее чем 10 секунд за 1 проход при 10 футах (3 метрах)/минута с использованием лампы Fusion D при 600 Вт/дюйм (2,54 см) (система Fusion UV) на расстоянии лампы от детали 1,5 дюйма (3,8 см). Конкретные условия по интенсивности излучения и дозе измеряли при помощи радиометра Power Puck от компании EIT, Inc.:

Таблица 5	
Интенсивность УФ-излучения диапазона A=3730 мВт/см ² , доза для УФ-излучения диапазона A=3835 мДж/см ²	УФ-излучение диапазона A=320-390 нм
Интенсивность УФ-излучения диапазона B=1136 мВт/см ² , доза для УФ-излучения диапазона B=1161 мДж/см ²	УФ-излучение диапазона B=280-320 нм
Интенсивность УФ-излучения диапазона C=67 мВт/см ² , доза для УФ-излучения диапазона C=65 мДж/см ²	УФ-излучение диапазона C=250-260 нм
Интенсивность УФ-излучения диапазона V=2319 мВт/см ² , доза для УФ-излучения диапазона V=2352 мДж/см ²	УФ-излучение диапазона V=395-445 нм

После проведения отверждения под действием УФ-излучения покрытие становится твердым и стойким к царапанию.

Испытание покрытия

По истечении двадцати четырех часов после проведения отверждения под действием УФ-излучения образцы стекла с нанесенным покрытием подвергали следующим далее испытаниям.

Микровдавливание использовали для определения универсальной твердости, твердости по Викерсу и модуля упругости покрытия; твердость карандаша использовали для определения твердости по карандашной шкале в соответствии с документом ASTM D3363; испытание на адгезию по методу решетчатого надреза/отслаивания ленты в соответствии с документом ASTM D3359 использовали для определения начальной адгезии покрытия в сухом состоянии, погружение в кипящую воду при 100°C использовали для оценки водостойкости покрытия, стальную вату использовали для оценки абразивостойкости покрытия, а светопропускание использовали для оценки непрозрачности покрытия.

Результаты

Универсальная твердость=258,31 н/мм²

Твердость по Викерсу - 19,60

Модуль упругости=10,02 ГПа

Твердость по карандашной шкале $\geq 5H$

Испытание на адгезию по методу решетчатого надреза/отслаивания ленты = успешное прохождение

Погружение в кипящую воду при 100°C = отсутствие отслаивания по истечении 6 дней

Шерстяная вата = незначительное крацевание и шлифование

Светопропускание=0,31 процента

Примеры 11-15

Перечисленные компоненты добавляли в чашу Max 100 и для обеспечения полного растворения ингибитора и диспергатора подвергали скоростному перемешиванию в течение приблизительно 5 минут, а после этого в чашу Max 100 добавляли технический углерод.

Таблица 6

Компонент	Граммы	Массовый процент
изоборнилакрилат	22,960	16,400
трипропиленгликольдиакрилат	11,410	8,150
акриловая кислота	8,344	5,960
акрированный полисилоксан ¹	0,560	0,400
ингибитор ²	0,700	0,500
диспергатор ³	0,630	0,450
уретанакрилат ⁴	40,096	28,640
технический углерод ⁵	6,300	4,500
оксид алюминия ⁶	49,000	35,000
Итого	140,000	100,000

1. TEGO RAD™ 2100.
2. Ингибитор ADDITIVE™ 01-468 от компании Rahm.
3. Диспергатор SOLSPERSE™ 32000 от компании Avescia.
4. CN™ 985B88 от компании Sartomer.
5. Технический углерод MOGUL™ E от компании Cabot.
6. Оксид алюминия (необработанный) RC-LS DBM™.

Для обеспечения надлежащего диспергирования технического углерода смесь подвергали скоростному перемешиванию в чаше Max 60. После проведения скоростного перемешивания всю данную рецептуру добавляли в пластиковую емкость для проведения размалывания NALGENE™ объемом в 8 унций (237 мл) и в емкость NALGENE™ добавляли следующие далее компоненты. Рецептуру подвергали размалыванию в шаровой мельнице в течение 24 часов.

В случае примеров от 11 до 14 к описанной ранее рецептуре основы добавляли перечисленные компоненты и перемешивание проводили так, как это описывалось в отношении примеров от 1 до 9 за исключением того, что после добавления TINUVIN™ 123 и до добавления SILQUEST™ A-1170 смесь перемешивали на плите магнитной мешалки в течение приблизительно 1 часа.

Таблица 7

Пример	Таблица 7							
	11	11	12	12	13	13	14	14
компонент	Граммы	Массовый процент						
рецептуры, измельченные в шаровой мельнице	14,6505	84,20	15	86,21	14,65	84,20	14,48	83,2
фотоинициатор 1 ⁷	0,9	5,17						
фотоинициатор 2 ⁸			0,9	5,17	0,9	5,17	0,9	5,17
TINUVIN™ 123 от компании Ciba							0,17	1,0
промотор адгезии ⁹	1,5	8,62	1,5	8,62	1,5	8,62	1,5	8,6
	0,3495	2,01			0,35		0,35	2,0
Итого	17,4	100,00	17,4	100,00	17,4	100,00	17,4	100

7. Фотоинициатор IRGACURE™ 379, доступный в компании Ciba Geigy.

8. Фотоинициатор SPEEDCURE™ 3040 от компании Aceto/Lambson.

9. Промотор адгезии SILQUEST™ A-1170.

10. Пропилтриметоксиизоцианатосилан SILQUEST™ A-Link 35.

Покрyтия наносили на сторону олова у стекла при помощи вытянутого прутка номер 15 и отверждали под действием УФ-излучения при помощи лампы D при РЛД 1,5 дюйма (3,8 см), 10 футах в минуту (3 метра в минуту), 1 проходе.

Пример 15

В случае примера 15 к рецептуре основы для примеров 11-14 добавляли описанные далее компоненты и проводили перемешивание так, как это описывалось. Первые 6

компонентов добавляли в чашу Мах 60 и подвергали скоростному перемешиванию в течение 30 минут для обеспечения полного растворения ингибитора и диспергатора, а после этого в чашу Мах 100 добавляли технический углерод. Смесь подвергали скоростному перемешиванию в чаше Мах 60 для обеспечения надлежащего диспергирования технического углерода. После проведения скоростного перемешивания данную рецептуру добавляли пластиковую емкость для проведения размалывания NALGENE™ объемом в 8 унций (237 мл) и в емкость NALGENE™ добавляли оксид алюминия. Смесь подвергали размалыванию в шаровой мельнице в течение 24 часов.

Компонент	Граммы	Массовый процент
изоборнилакрилат	13,120	16,400
трипропиленгликольдиакрилат ТПГДА	6,520	8,150
акрированный полисилоксан ¹	0,320	0,400
ингибитор ²	0,400	0,500
диспергатор ³	0,360	0,450
уретанакрилат ⁴	22,912	28,640
технический углерод ⁵	3,600	4,500
оксид алюминия ⁶	28,000	35,000
Итого	80,000	100,00

Затем после проведения измельчения в шаровой мельнице добавляли перечисленные далее фотоинициаторы, силан и акриловую кислоту и проводили переработку так, как это описывается в примерах от 1 до 9.

Компонент	Граммы	Массовый процент
вышеупомянутые измельченные в шаровой мельнице рецептуры	14,106	81,07
фотоинициатор ⁷	0,9	5,17
промотор адгезии ⁹	1,5	8,62
акриловая кислота	0,894	5,14
Итого	17,4	100,00

Покрyтия наносили на сторону олова у стекла при помощи вытянутого прутка номер 15 и отверждали под действием УФ-излучения при помощи лампы D при РЛД 1,5 дюйма (3,8 см), 10 фут/мин (3 м/мин), 1 проходе.

Быстрое испытание на адгезию при помощи ножа и испытание при помощи везерометра проводили так, как это описывалось в примерах 1-9. Результаты скомпилированы в таблицах 10 и 11. Условие 12 заключается в воздействии на клей пребывания при 90°C в печи в течение 30 дней. Условие 13 заключается в пребывании в течение 30 дней в печи при 38°C и 100-процентной относительной влажности.

Условие	Примеры	11	14	13	15	16
1	1	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
1	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
1	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
2	1	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
2	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
2	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
12	1	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
12	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР

12	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
4	1	0КР	1 при 0КР, 1 при 10КР, 90АР	90КР, 10АР	1 при 20КР, 80АР; 1 при 80КР, 20АР	0КР
4	2	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
4	3	100КР	100КР	100КР	100КР	100КР
13	1			0КР	0КР	
13	2	0КР	0КР	0КР	100КР	0КР
13	3	100КР	100КР	100КР	100КР	0КР

5

10

Таблица 11

1000 часов воздействия в везерометре

Пример	Клей	Образец 1, фунт/дюйм ² (кПа)	Образец 2, фунт/дюйм ² (кПа)	Образец 3, фунт/дюйм ² (кПа)	Среднее значение, фунт/дюйм ² (кПа)	Режим разрушения
11	1	544 (3751)	737 (5081)	549 (3785)	610 (4206)	100КР
11	2	700 (4826)	861 (5936)	642 (4426)	734 (3937)	100КР
11	3	581 (4006)	619 (4268)	511 (3523)	571 (5061)	100КР
14	1	533 (3675)	553 (3813)	445 (3068)	510 (3516)	100КР
14	2	611 (4213)	563 (3882)	498 (3434)	557 (3840)	100КР
14	3	540 (3723)	464 (3199)	482 (3323)	495 (3413)	100КР
13	1	638 (4399)	601 (4144)	470 (3241)	569 (3923)	100КР
13	2	551 (3799)	566 (3902)	536 (3696)	551 (3799)	100КР
13	3	602 (4151)	560 (3861)	578 (3985)	580 (3999)	100КР
12	1	459 (3165)	621 (4282)	557 (3840)	546 (3765)	100КР
12	2	632 (4357)	688 (4744)	594 (4095)	638 (4399)	100КР
12	3	529 (3647)	627 (4323)	453 (3123)	536 (3696)	100КР
15	1	466 (3213)	801 (5523)	490 (3378)	586 (4040)	100КР
15	2	563 (3882)	645 (4447)	645 (4447)	618 (4261)	100КР
15	3	531 (3661)	631 (4351)	356 (2455)	506 (3489)	100КР

15

20

25

Таблица 12

2000 часов воздействия в везерометре

Пример	Клей	Образец 1 ₁ , фунт/дюйм ² (кПа)	Образец 1 ₂ , фунт/дюйм ² (кПа)	Образец 1 ₃ , фунт/дюйм ² (кПа)	Среднее значение, фунт/дюйм ² (кПа)	Режим разрушения
14	3	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0КР на стороне стекла
13	3	268 (1848)	487 (3358)	504 (3475)	420 (2896)	100КР на электроосажденном покрытии/0КР на стороне стекла
12	3	533 (3675)	600 (4137)	513 (3537)	549 (3785)	100КР
15	1	530 (3654)	578 (3985)	566 (3902)	558 (3847)	100КР
15	2	563 (3882)	601 (4144)	562 (3875)	575 (3964)	100КР
12	1	647 (4461)	460 (3172)	730 (5033)	612 (4220)	0КР на стекле/100КР на электроосажденном покрытии
13	2	36 (248)	206 (1420)	260 (1793)	167 (1151)	0КР на стекле/100КР на электроосажденном покрытии
11	3	197 (1358)	543 (3743)	694 (4785)	478 (3296)	100КР для образцов 2 и 3, для образца 1 0КР на стекле/100КР на электроосажденном покрытии
15	3	139 (958)	110 (758)	109 (752)	119 (820)	0КР на стекле/100КР на электроосажденном покрытии
16	2	139 (958)	114 (786)	192 (1324)	148 (1020)	0КР на стекле при 30 процентах PF/100КР на электроосажденном покрытии
16	1	407 (2806)	306 (2110)	874 (6026)	529 (3647)	0КР на стекле при 30 процентах PF/100КР на электроосажденном покрытии (для образцов 1 и 2); 100КР для образца 3
13	1	190 (1310)	197 (1358)	202 (1393)	196 (1351)	80 процентов PF, 20АР, для образца 1; 20 процентов PF, 80АР, для образца 2; 100АР, для образца 3
12	2	103 (710)	78 (538)	96 (662)	92 (634)	100АР
14	2	0 (0)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	100PF, для образца 1; 100PF, отскакивание для образцов 1 и 2
11	1	367 (1841)	293 (2020)	299 (2062)	319 (2199)	100АР
14	1	240 (1655)	122 (841)	120 (827)	161 (1110)	100АР
16	3	109 (752)	71 (490)	97 (669)	92 (634)	100АР
11	2	253 (1744)	257 (1772)	239 (1648)	250 (1724)	100КР для образцов 1 и 2; образец 100АР

30

35

40

Были получены следующие далее промежуточные продукты, предназначенные для использования в примерах от 16 до 38.

Получение дисперсии технического углерода

45

Перед получением дисперсии технического углерода порошкообразный технический углерод (MOGUL™ E, Cabot) высушивали в печи в течение, по меньшей мере, 2 дней при 200°C для удаления любой адсорбированной влаги. Дисперсии технического углерода (в совокупности 44 г) получали в результате добавления сначала 1,32 г диспергатора на основе соли четвертичного аммония (VARIQUAT™ CC-42NS, хлорид диэтилполипроксиметиламмония от компании Degussa) к 20,68 г мономера пропоксипированного неопентилгликольдиакрилата (SR 9003, Sartomer) и перемешивания компонентов в смесителе FlackTek SpeedMixer™ (Model DAC 150 FV-K,

50

FlackTek Inc.) при использовании чаши Max 60 в течение 3 минут при 2500 об/мин. После растворения диспергатора к вышеупомянутому раствору добавляли 22 г высушенного порошкообразного технического углерода и еще раз проводили перемешивание в течение 5 минут при 2000 об/мин. Концентрации компонентов представляли собой следующее: пропоксилированный неопентилгликольдиакрилат SR™ 9003, Sartomer (47 процентов); диспергатор на основе соли четвертичного аммония VARIQUAT™ CC-42NS, Degussa (3 процента) и высушенный порошкообразный технический углерод (MOGUL™ E, Cabot) (50 процентов).

После проведения скоростного перемешивания вышеупомянутый раствор переводили в емкость Nalgene объемом в 125 мл и осуществляли ее заполнение мелющими гранулами из диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, (сферическая геометрия, d=5 мм) в количестве 60 г и проводили размалывание при помощи унифицированной лабораторной мельницы (U.S. Stoneware) в течение, по меньшей мере, 3 дней при 30 об/мин для разрушения каких-либо твердых агломератов и надлежащего диспергирования пигмента в мономере. После проведения размалывания качество дисперсии при помощи гриндометра проверяли на тонкость помола для того, чтобы обеспечить получение уровня тонкости помола, соответствующего, по меньшей мере, степени дисперсности по Хегману ≥ 7 (то есть все частицы будут иметь размеры, меньшие чем 10 микрон).

Получение дисперсии оксида алюминия

Перед получением дисперсии оксида алюминия порошкообразный оксид алюминия (RC LS DBM, Baikowski-Malakoff) высушивали в печи в течение, по меньшей мере, 2 дней при 200°C для удаления любой адсорбированной влаги. Дисперсии оксида алюминия (в совокупности 64 г) получали в результате добавления сначала 0,50 г диспергатора на основе сложного эфира кислого сложного эфира фосфорной кислоты (RHODAFAC™ RS-610, Rhodia) к 13,58 г мономера пропоксилированного неопентилгликольдиакрилата (SR™ 9003, Sartomer) и перемешивания компонентов в смесителе FlackTek SpeedMixer™ (Model DAC 150 FV-K, FlackTek Inc.) при использовании чаши Max 60 в течение 3 минут при 2500 об/мин. После полного перемешивания диспергатора к вышеупомянутому раствору добавляли 49,92 г высушенного порошкообразного оксида алюминия и еще раз проводили перемешивание в течение 5 минут при 2500 об/мин. Концентрации компонентов представляют собой следующее: пропоксилированный неопентилгликольдиакрилат (SR™ 9003, Sartomer) (21,22 массового процента); диспергатор на основе сложного эфира кислого сложного эфира фосфорной кислоты (RHODAFAC™ RS-610, Rhodia) (0,78 массового процента) и высушенный при 200°C порошкообразный оксид алюминия (RC LS DBM, Baikowski-Malakoff) (78 массовых процентов).

После проведения скоростного перемешивания вышеупомянутый раствор переводили в емкость Nalgene объемом в 125 мл и осуществляли ее заполнение мелющими гранулами из диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, (сферическая геометрия, d=5 мм) в количестве 60 г и проводили размалывание при помощи унифицированной лабораторной мельницы (U.S. Stoneware) в течение, по меньшей мере, 3 дней при 30 об/мин для разрушения каких-либо твердых агломератов и надлежащего диспергирования наполнителя в мономере. После проведения размалывания качество дисперсии при помощи гриндометра проверяли на тонкость помола для того, чтобы обеспечить получение уровня тонкости помола, соответствующего, по меньшей мере, степени дисперсности по Хегману ≥ 7 (то есть все

частицы будут иметь размеры, меньшие чем 10 микрон).

Получение дисперсии полиэтилена

Дисперсии полиэтилена (в совокупности 20 г) получали в результате добавления 10 г порошкообразного полиэтилена (S-395N1, Shamrock Technologies) к 10 г мономера

5 изоборнилакрилата (SR™ 506D, Sartomer) и перемешивания компонентов в смесителе FlackTek SpeedMixer™ (Model DAC 150 FV-K, FlackTek Inc.) при использовании чаши Max 60 в течение 5 минут при 3000 об/мин. Концентрации в получающейся в результате пасте представляют собой следующее:

10 изоборнилакрилат (SR™ 506D, Sartomer) (50 массовых процентов) и порошкообразный полиэтилен (S-395N1™ (50 массовых процентов), Shamrock Technologies).

Получение промоторов адгезии на основе аддуктов реакции Майкла

Аддукты реакции Майкла получали в результате добавления 0,03 моль бис[3-(триметоксисил)пропил]амин - SILQUEST™ A-1170, GE Silicones; или бис[3-(триэтоксисил)пропил]амин - DYNASYLAN™ 1122, Degussa к 0,03 моль мономера пропоксированного неопентилгликольдиакрилата (SR™ 9003, Sartomer) в

15 стеклянной емкости и перемешивания при помощи вихревой мешалки в течение 1 минуты. Получающийся в результате раствор нагревали при 55°C в течение, по меньшей мере, 3 дней для завершения реакции и прививки аminosилана к акрилату. Наличие получающегося в результате продукта реакции присоединения Майкла подтверждали, используя методы С-13 ЯМР и ГХ-МС. Аддукт 1 получали при использовании бис(3-(триметоксисил)пропил)амин, а аддукт 2 получали при

20 использовании бис(3-(триэтил оксисил)пропил)амин.

25 Пример 16

Получение композиции покрытия из фритты, отверждаемой под действием УФ-излучения

Композицию конечного покрытия (50 г) получают в результате простого

30 перемешивания вышеупомянутых промежуточных продуктов в смесителе FlackTek SpeedMixer™ (Model DAC 150 FV-K, FlackTek Inc.) при использовании чаши Max 60 в течение 5 минут при 3000 об/мин. Добавляют остальные компоненты и проводят неоднократное скоростное перемешивание вплоть до получения в результате

35 гомогенной рецептуры. Конкретные компоненты и концентрации описываются в таблице 13.

Таблица 13		
Компонент	Граммы	Массовый процент
дисперсия технического углерода	4,0000	8
40 дисперсия оксида алюминия	19,0000	38
винилтриметоксисилан ¹⁰	0,5000	1
фенотиазиновый ингибитор ФТЗ	0,0500	0,1
Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин		
аддукт ¹	3,7500	7,5
45 аддукт ²	3,7500	7,5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
смачиватель ¹¹	0,0500	0,1
силиконовый пеногаситель ¹²	0,1500	0,3
фосфиноксидный фотоинициатор ¹³	2,5000	5
50 бензофеноновый смесевой фотоинициатор ¹⁴	1,5000	3
дисперсия полиэтилена (50 процентов в ИБОА) ¹⁵	2,5000	5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
пропоксированный глицерилтриакрилат ¹⁶	2,5000	5

алифатический уретандиакрилатный олигомер ⁴	7,5000	15
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин - 2 раза		
акриловая кислота	2,2500	4,5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
Итого	50,0000	100

5

10. Доступен в компании Dow Corning с обозначением Z-6300.

11. Полидиметилсилоксановый смачиватель BYK UV 32510, доступный в компании BYK Chemie.

12. Силиконовый пеногаситель FOAMBLAST™ 20F от компании Lubrizol/Noveon.

10

13. 2,4,6-триметилбензилдифенилфосфиноксид ESACURE™ KTO 46 от компании Sartomer.

14. Бензофеноновый смесевой фотоинициатор ESACURE TZT от компании Sartomer.

15. 50-процентная дисперсия порошкообразного полиэтиленового воска S-395N1™ в изоборнилакрилате, доступная в компании Shamrock.

16. Пропоксированный глицерилтриакрилат SR9020™ HP, доступный в компании Sartomer.

15

Теперь после проведения скоростного перемешивания всех компонентов рецептура готова к нанесению на подложки из стекла.

Нанесение покрытия и отверждение его под действием УФ-излучения

Перед нанесением покрытия подложки из известково-натриевого флоат-стекла от компании Cat-I Manufacturing (4 дюйма (102 мм)×4 дюйма (102 мм)×5 мм толщины) очищали при помощи хлопчатобумажной салфетки, пропитанной изопропанолом, для удаления любых поверхностных загрязнений. После очищения подложек из стекла композицию покрытия наносили на «сторону олова» у подложек из стекла («сторона олова» у подложки из стекла представляет собой ту сторону, которая светится голубым светом под действием флуоресцентной лампы) при использовании проволочного прутка номер 10 до получения толщины сухого пленочного покрытия, равной 13±2 микрон (конечную толщину покрытия подтверждали по методу профилометрии). По истечении времени контакта в 1 минуту покрытие подвергали отверждению под действием УФ-излучения на воздухе в течение менее чем 10 секунд за 1 проход при 10 фут/минута (3,05 метра) с использованием лампы Fusion D при 600 Вт/дюйм (2,54 см) (система Fusion UV) и расстояния лампы от детали 1,5 дюйма (3,81 см). Конкретные условия по интенсивности излучения и дозе измеряли при помощи радиометра Power Puck от компании EIT, Inc., как это продемонстрировано в таблице 5.

35

После проведения отверждения под действием УФ-излучения покрытие становится нелипнущим и стойким к царапанию. Однако полностью механические свойства и характеристики адгезии развиваются в течение от 1 до 2 недель после проведения отверждения под действием УФ-излучения благодаря вторичному отверждению покрытия во влажной среде с участием алкоксигрупп привитых аminosиланов.

40

Испытания свойств

Жидкая рецептура покрытия - рабочее время

Рабочее время определяют как время до того, как данные чувствительные к воздействию влаги рецептуры покрытий начнут формировать оболочку при воздействии атмосферных условий. В данном эксперименте 0,5 мл жидкой рецептуры покрытия наносят на весовую чашку из пластика и образец подвергают периодической проверке для определения момента времени, когда рецептура покрытия начнет формировать оболочку. Как только рецептура сформирует оболочку, проводят регистрацию рабочего времени, а также температуры и влажности в лаборатории.

50

Жидкая рецептура покрытия - срок годности при хранении

Срок годности при хранении измеряли в соответствии с модифицированной версией

документа ASTM D4144-94. В данном эксперименте 10 г жидкой рецептуры покрытия в стеклянной емкости объемом в 30 мл на 10 дней размещали в печи, выставленной на 55°C. По истечении 10 дней жидкую рецептуру покрытия проверяли на наличие каких-либо признаков гелеобразования, формирования поверхностной пленки или осадения пигментов и наполнителей. В дополнение к этому некоторые рецептуры покрытий наносили в виде покрытий после проведения эксперимента на ускоренное старение для выявления наличия какого-либо влияния на эксплуатационные характеристики покрытий, отвержденных под действием УФ-излучения. Жидкую рецептуру считают стабильной при хранении в случае отсутствия каких-либо признаков гелеобразования или плотного слеживания пигментов и наполнителей по завершении хранения в течение 10 дней при 55°C. Согласно прогнозу данные рецептуры покрытий характеризуются 6-месячной продолжительностью срока годности при хранении при комнатной температуре (25°C).

Внешний вид покрытия - непрозрачность

Для получения характеристик непрозрачности покрытий на стекле для покрытий проводили измерение процентного светопропускания при использовании мутномера (Haze-Gard Plus, Вык-Gardner) в соответствии с документами ASTM D1003 и D1044. Все данные по непрозрачности получали в режиме полного пропускания при размере отверстия 1 дюйм (2,54 см).

Испытание на твердость по микровдавливанию

Для оценки твердости покрытий на стекле использовали работающую под управлением компьютера систему динамического микровдавливания под ультранизкой нагрузкой FISCHERSCOPE® H100C (Fischer Technology) в сочетании с управляющим программным обеспечением WIN-HCU® (Fischer Technology). В данном испытании индентор Викерса в форме прямой алмазной пирамиды с квадратным основанием и противоположными сторонами, расположенными под углом 136°, вдавливали в поверхность покрытия при прилагаемом усилии 5 мН (скорость = 5 мН/20 секунд). После этого в течение 20 секунд выдерживают максимальную нагрузку (стадия ползучести) с последующим сбрасыванием нагрузки (скорость = 5 мН/20 секунд). Цикл испытания завершает конечная стадия ползучести в течение 20 секунд. Принимая во внимание геометрию индентора и глубину проникновения при приложенном усилии, получают результат измерения универсальной твердости УТ.

Испытание на адгезию по методу решетчатого надреза

Адгезию к стеклу для покрытий, отвержденных под действием УФ-излучения, измеряли в соответствии с документом ASTM D3359 (испытание на адгезию по методу решетчатого надреза). В данном испытании лезвием режущего инструмента на образец с нанесенным покрытием наносили риски, прорезая покрытие насквозь и получая рисунок штриховки перекрестными линиями (обычно 10 надрезов на 10 надрезов при расстоянии между линиями 2 мм). После этого на участок с рисками накладывали бумажную ленту с двусторонним клейким покрытием (3M No. 410), ее прижимали, а затем резко отдирали в направлении, перпендикулярном поверхности образца с нанесенным покрытием. После этого покрытие и ленту подвергали визуальному осмотру для выявления удаления при помощи ленты какой-либо части покрытия с подложки. В случае удаления >5 процентов покрытия считалось, что испытание на адгезию покрытие успешно не проходило. Конкретные показатели в испытании на адгезию согласно документу ASTM приведены в таблице 14.

Показатель согласно документу ASTM D3359	Процент удаленного покрытия
5В	0 процентов (безупречная адгезия)
4В	<5 процентов
3В	5-15 процентов
2В	15-35 процентов
1В	35-65 процентов
0В	>65 процентов

Исходя из системы показателей согласно документу ASTM желательными являются показатели адгезии 4В и 5В.

Адгезия в кипящей воде

Для оценки адгезии к стеклу покрытий, отвержденных под действием УФ-излучения, панели с нанесенным покрытием погружали в кипящую воду (24 часа по завершении отверждения под действием УФ-излучения) при использовании водяной бани (Fisher Scientific, Isotemp 210), выставленной на 100°C. Панели с нанесенным покрытием каждые 24 часа подвергали проверке на наличие каких-либо признаков адгезионного разрушения (то есть отслаивания покрытия, пузырения, вспучивания, растрескивания и тому подобного). Панели с нанесенным покрытием без адгезионного разрушения по завершении 6-дневного погружения из водяной бани вынимали. По завершении 24-часового высушивания для панели с нанесенным покрытием проводили проверку на адгезию по методу решетчатого надреза в соответствии с документом ASTM D3359.

Адгезия к клеям

Для оценки адгезии клеев для приклеивания к стеклу BETASEAL™ от компании Dow к покрытиям, отвержденным под действием УФ-излучения, использовали испытание QKA. Образцы подвергали испытанию при использовании трех различных клеевых рецептов: клея BETASEAL™ 15625, клея BETASEAL™ 15685 и клея BETASEAL™ 15845. Клеи BETASEAL™ наносили на покрытия по истечении семи дней после отверждения под действием УФ-излучения. По завершении нанесения перед проведением испытания QKA клеям давали возможность отвердиться в течение 6 дней при ~70°F и 40-50-процентной относительной влажности (ОВ).

Испытание на абразивостойкость

Все испытания на абразивостойкость проводили для покрытий, нанесенных на стекло с размерами: ширина и длина по 4 дюйма (102 мм) и толщина 5 мм, при использовании прибора Табера (Model 5150, Taber Industries, Inc.), оснащенного абразивными кругами CS-10F, при совокупной нагрузке при истирании 1000 граммов (500 граммов на каждом круге) в соответствии с документом ASTM D1044. В данном эксперименте абразивные круги вращаются в соприкосновении с поверхностью покрытия, формируя рисунок круга за определенное количество оборотов (циклов), таким образом, там, где покрытие будет подвергнуто истиранию (царапанию), образуется круговой след. Для целей изобретателей образцы с нанесенным покрытием подвергали истиранию на приборе Табера за 500 или 1000 циклов. Процентное изменение светопропускания представляет собой критерий оценки абразивостойкости покрытия, и его определяли в результате измерения разницы светопропускания на не подвергнутых и подвергнутых истиранию участках покрытия при использовании мутномера в соответствии с документом ASTM D1003. В случае непрозрачных покрытий на стекле изменение процентного светопропускания по завершении испытания на истирание на приборе Табера должно быть меньшим чем 1 процент.

Химическая стойкость

Для покрытий, отвержденных под действием УФ-излучения, в соответствии с документом ASTM C724 проводили испытание на химическую стойкость, при котором реактивы на 15 минут размещали на панелях с нанесенным покрытием и покрывали часовым стеклом для предотвращения испарения. По истечении 15 минут реактивы смывали деионизованной водой, а покрытия подвергали осмотру. Для оценки покрытий использовали степени от 1 (отсутствие влияния на покрытие) до 7 (покрытие полностью удалено). Покрытие успешно проходит испытание в случае степеней, меньших или равных 4. Использовали следующие реактивы: керосин, этанол, 4-процентная уксусная кислота в воде, 5-процентный гидроксид натрия в воде и 5-процентный хлорид натрия в воде.

Примеры 17-20

Данный пример демонстрирует то, что использование двух промоторов адгезии на основе аддуктов реакции Майкла в результате приводит к получению долговечной длительной адгезии во влажном состоянии к стеклу без грунтовок. Рецептуры получали при использовании материалов, перечисленных и перемешанных в соответствии с тем, что продемонстрировано в таблице 15.

		Таблица 15			
		В чашу Мах 60 добавляли нижеследующее			
Компонент		Граммы	Массовый процент		
дисперсия технического углерода		5,6000	8		
дисперсия оксида алюминия		26,6000	38		
винилтриметоксисилан ¹⁰		0,7000	1		
фенолтиазинный ингибитор ФТЗ		0,0700	0,1		
фотоинициатор ¹³		3,5000	5		
фотоинициатор ¹⁴		2,1000	3		
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин					
силиконовый пеногаситель ¹²		0,2100	0,3		
смачиватель ¹¹		0,0700	0,1		
дисперсия воска ПЭ (50 массовых процентов) ¹⁵		3,5000	5		
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин					
пропоксилированный глицерилтриакрилат ¹⁶		3,5000	5		
алифатический уретандиакрилат ⁴		10,5000	15		
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин - 2 раза					
Итого		56,3500	80,5		
Вышеупомянутую рецептуру распределяли между отдельными контейнерами Мах 20 и перемешивали с дополнительными перечисленными далее следующими компонентами:					
Пример		17	18	19	20
Компонент		Граммы	Граммы	Граммы	Граммы
Вышеупомянутая рецептура, подвергнутая скоростному перемешиванию		8,05	8,05	8,05	8,05
аддукт		0,75	0,75	-	-
аддукт		0,75	0,75	-	-
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин					
акриловая кислота		0,45	-	0,45	-
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин					
Итого		10,00	9,55	8,50	8,05

Результаты скомпилированы в таблице 16.

Таблица 16				
Результаты	17	18	19	20

	рабочее время при 66F/58 процентах ОВ	18 минут	>5 часов	>5 часов	>5 часов
	срок годности при хранении при 55°C	Успешное прохождение испытания, 10 дней	Успешное прохождение испытания, 10 дней	Успешное прохождение испытания, 10 дней	Успешное прохождение испытания, 10 дней
5	светопропускание (процент)	0,09	0,18	0,04	0,05
	испытание на адгезию по методу решетчатого надреза (первоначально)	5В	1В	2В	0В
10	испытание на адгезию по методу решетчатого надреза (по истечении 24 часов)	5В	3В	3В	0В
	адгезия в кипящей воде	Успешное прохождение испытания, 6 дней, 4В	Неуспешное прохождение испытания, 8 часов	Неуспешное прохождение испытания, 6 часов	Неуспешное прохождение испытания, в течение <1 часа
15	универсальная твердость (первоначально)	84,46	27,73	172,35	109,51
	универсальная твердость (по истечении 7 дней)	209,9	99,8	194,7	116,0

Вышеизложенные данные свидетельствуют о том, что покрытия, содержащие оба промотора адгезии, характеризуются превосходной адгезией в сухом и влажном состоянии. Данные демонстрируют потрясающее улучшение адгезии в кипящей воде в случае использования обоих промоторов адгезии. Кроме того, покрытия, содержащие оба промотора адгезии, также характеризуются улучшенной твердостью и по истечении семи дней после отверждения под действием УФ-излучения.

Примеры от 21 до 26

Данные примеры демонстрируют возможность значительного продления рабочего времени при уменьшении концентрации либо акриловой кислоты, либо аддуктов реакции Майкла без оказания значительного негативного влияния на адгезию или другие эксплуатационные характеристики. Рецептуры и их получение проиллюстрированы в таблице 17.

Таблица 17		
В чашу Мах 60 добавляли нижеследующее		
Компонент	Граммы	Массовый процент
дисперсия технического углерода	6,2410	7,9
дисперсия оксида алюминия	29,8620	37,8
винилтриметоксисилан	0,7900	1
фенолтиазиновый ингибитор ФТЗ	0,0790	0,11
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
фотоинициатор ¹³	3,9500	5
фотоинициатор ¹⁴	2,3700	3
дисперсия воска ПЭ ¹⁵	3,9500	5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
смачиватель ¹¹	0,1580	0,2
пеногаситель ¹²	0,3950	0,5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
пропоксилированный глицерилтриакрилат ¹⁶	3,9500	5
алифатический уретандиакрилат ⁴	11,8500	15
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин - 2 раза		
Итого	63,5950	80,5

Вышеупомянутую рецептуру распределяли между отдельными контейнерами Мах 20 и перемешивали с дополнительными следующими далее компонентами

Пример	21	22	23	24	25	26
Компонент	Граммы	Граммы	Граммы	Граммы	Граммы	Граммы
вышеупомянутая рецептура, подвергнутая скоростному перемешиванию	8,05	8,05	8,05	8,05	8,05	8,05
аддукт	0,75	0,70	0,65	0,75	0,70	0,65
аддукт	0,75	0,70	0,65	0,75	0,70	0,65
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин						
акриловая кислота	0,45	0,45	0,45	0,35	0,35	0,35
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин						
Итого	10,00	9,90	9,80	9,90	9,80	9,70

Результаты скомпилированы в таблице 18.

Примеры	21	22	23	24	25	26
Концентрация акриловой кислоты	4,5 процента	4,5 процента	4,5 процента	3,5 процента	3,5 процента	3,5 процента
объединенная концентрация аддуктов	15 процентов	14 процентов	13 процентов	15 процентов	14 процентов	13 процентов
рабочее время при 66F/44 процентах ОВ	20 минут	20 минут	30 минут	25 минут	26 минут	45 минут
срок годности при хранении при 55°C	Успешное прохождение испытания, 10 дней					
светопропускание (процент)	0,08	0,15	0,14	0,07	0,06	0,01
испытание на адгезию по методу решетчатого надреза (первоначально)	5B	5B	5B	5B	5B	5B
адгезия в кипящей воде	Успешное прохождение испытания, 6 дней, 4B					
универсальная твердость (по истечении 24 часов)	144,68	164,75	144,92	127,41	123,33	105,13

Все данные покрытия успешно прошли испытание QKA на 100-процентную адгезию КР к клеям BETASEAL™ при проведении испытания в сухом состоянии.

Примеры 27-33

Данные эксперименты демонстрируют возможность увеличения рабочего времени благодаря увеличению количества гексаэтокси-аддукта реакции Майкла (аддукта II), при этом без оказания негативного влияния на адгезию.

Получали рецептуры основы, описанные в примерах 21-26, которые размещали в чашах Мах 20. К рецептуре при различных соотношениях добавляют аддукты I и II и проводят описанные ранее испытания. Все группы аддукта I являются метоксисилановыми группами, и все группы аддукта II являются этоксисилановыми группами. Таблица 19 демонстрирует количества аддуктов в рецептуре. Таблица 20 демонстрирует результаты испытаний.

Пример	27	28	29	30
Компонент	Граммы	Граммы	Граммы	Граммы
вышеупомянутая рецептура, подвергнутая скоростному перемешиванию	8,05	8,05	8,05	8,05
аддукт ¹	1,50	0,75	0,60	0,45
аддукт ²	-	0,75	0,90	1,05
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин				
акриловая кислота	0,45	0,45	0,45	0,45
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин				
Итого	10,00	10,00	10,00	10,00
Пример	31	32	33	
Компонент	Граммы	Граммы	Граммы	
вышеупомянутая рецептура, подвергнутая скоростному перемешиванию	8,05	8,05	8,05	
аддукт ¹	0,30	0,15	-	
аддукт ²	1,20	1,35	1,5	

Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин			
акриловая кислота	0,45	0,45	0,45
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин			
Итого	10,00	10,00	10,00

5

Таблица 20							
Примеры	27	28	29	30	31	32	33
процент алкокси, которые представляют собой этокси	0 процентов	50 процентов	60 процентов	70 процентов	80 процентов	90 процентов	100 процентов
рабочее время при 73°F/36 процентах ОВ	6 минут	18 минут	24 минуты	28 минут	32 минуты	38 минут	53 минуты
срок годности при хранении при 55°C	Успешное прохождение испытания, 10 дней						
Светопропускание (процент)	0,12	0,09	0,11	0,11	0,17	0,05	0,06
испытание на адгезию по методу решетчатого надреза (первоначально)	4В						
адгезия в кипящей воде	Успешное прохождение испытания, 6 дней, 4В	Успешное прохождение испытания, 6 дней, 5В					
Универсальная твердость (по истечении 24 часов)	162,27	123,61	119,76	136,35	132,44	115,84	121,89

Пример 34

Серию покрытий, полученных так, как это описывалось в таблице 21, подвергали отверждению под действием УФ-излучения и испытанию на твердость по истечении указанного времени. Результаты скомпилированы в таблице 22.

Таблица 21		
В чашу Мах 60 добавляли следующие далее компоненты		
Компонент	Граммы	Массовый процент
дисперсия технического углерода	3,2000	8
дисперсия оксида алюминия	15,6100	37,9
винилтриметоксисилан ¹⁰	0,4000	1
фенолтиазинный ингибитор ФТЗ	0,0400	0,1
Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин		
аддукт ²	6,0000	15
смачиватель ¹⁷	0,0400	0,1
пеногаситель ¹²	0,1600	0,4
Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин		
фотоинициатор ¹³	2,0000	5
фотоинициатор ¹⁴	1,2000	3
дисперсия воска ПЭ ¹⁵	2,0000	5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
пропоксилированный глицерилтриакрилат ¹⁶	2,0000	5
алифатический уретандиакрилат ⁴	6,0000	15
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин - 2 раза		
акриловая кислота	1,8000	4,5
Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		

Итого	40,0000	100
17. Смачиватель Tego Rad™ 2200 N, доступный в компании Tego Chemie (Degussa).		

5

10

Время после отверждения под действием УФ-излучения (дни)	Универсальная твердость (н/мм ²)
0	75,81
1	151,31
2	188,97
5	215,18
7	221,91

Твердость почти что утраивается после воздействия на панели с нанесенным покрытием атмосферной влаги в течение 7 дней после отверждения под действием УФ-излучения (во время периода воздействия обычные лабораторные условия представляли собой ~65°F и 55 процентов ОВ).

Пример 35

Рецептуру, описанную в таблице 13, в виде покрытия наносили на стекло и использовали так, как это описывалось ранее. Покрытия подвергали испытанию на химическую стойкость по истечении 14 дней после отверждения под действием УФ-излучения. Результаты скомпилированы в таблице 23. Покрытия также подвергали испытанию на абразивостойкость, а его результаты скомпилированы в таблице 24. Покрытия также подвергали испытаниям на ускоренное старение. Результаты скомпилированы в таблице 25.

30

РЕАКТИВ	СТЕПЕНЬ
Керосин	Успешное прохождение испытания, степень 1, отсутствие влияния
Этанол	Успешное прохождение испытания, степень 2, очень незначительное изменение блеска
4-процентная уксусная кислота в воде	Успешное прохождение испытания, степень 2, очень незначительное изменение блеска
5-процентный хлорид натрия в воде	Успешное прохождение испытания, степень 1, отсутствие влияния
5-процентный гидроксид натрия в воде	Успешное прохождение испытания, степень 4, осязаемое изменение цвета

Таблица 22 демонстрирует то, что какое-либо значительное влияние на покрытия оказывает только раствор гидроксида натрия. Однако покрытие все еще характеризуется степенью, соответствующей успешному прохождению испытания на воздействие раствора гидроксида натрия.

40

Циклы истирания на приборе Табера	Светопропускание (процент)	Изменение пропускания (процент)
0	0,06	Не применимо
500	0,07	0,01
1000	0,12	0,06

Таблица 23 демонстрирует то, что покрытия характеризуются превосходной абразивостойкостью, и то, что даже после 1000 циклов на приборе Табера изменение светопропускания на участке, подвергнутом истиранию, составляет только 0,06 процента (намного меньше чем технические условия на проведение испытания в виде <1 процента). Покрытия также характеризовались превосходной стойкостью к царапанию стальной ватой #000 (в случае использования стальной ваты для истирания поверхности покрытий наблюдали появление только минимальных царапин).

Таблица 25

Время и температура хранения	Рабочее время (мин)	Лабораторные условия для рабочего времени	Испытание на адгезию по методу решетчатого-го надреза	Адгезия в кипящей воде
0 (немедленная проверка)	18 мин	64F, 48 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
0 (повторение)	19,5 мин	63F, 63 процента ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
5 часов, 25°C	23 мин	64F, 48 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
1 день, 25°C	26 мин	63F, 57 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
1 день, 55°C	>60 мин	63F, 57 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
1 день, 55°C (повторение)	>60 мин	63F, 59 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
2 дня, 55°C	>60 мин	63F, 57 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
2 дня, 55°C (повторение)	>60 мин	63F, 65 процентов ОВ	4В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
3 дня, 55°C	>60 мин	63F, 56 процентов ОВ	3В, первоначально/5В, по истечении 8 часов	Успешное прохождение испытания, 6 дней
4 дня, 55°C	>60 мин	66F, 48 процентов ОВ	5В	Успешное прохождение испытания, 6 дней
10 дней, 55°C	>60 мин	65F, 53 процента ОВ	4В	Успешное прохождение испытания, 6 дней

Таблица 25 демонстрирует то, что подвергнутые старению рецептуры все еще характеризуются превосходной адгезией в сухом и влажном состояниях. Кроме того, старение жидких рецептур покрытий при 55°C приводит к значительному улучшению рабочего времени без оказания неблагоприятного влияния на адгезию. Все данные покрытия успешно проходили испытание на 100-процентную адгезию КР к клеям ВЕГАСЕАЛ™ при проведении испытания в сухом состоянии, а также и после погружения в кипящую воду на 24 часа.

Примеры 36-42: Покрытия различных цветов

Они демонстрируют возможность получения данных покрытий с другими цветами помимо черного при использовании дисперсий различных пигментов. Данные окрашенные покрытия можно использовать в качестве автомобильных покрытий или в неавтомобильных областях применения, таких как в случае декоративных покрытий на стекле.

Для получения пигментированных покрытий изобретения использовали следующие далее дисперсии пигментов от компании Penn Color. Каждый пигмент диспергировали в пропоксированном неопентилгликольдиакрилате. Рецептуры получали так, как это описывается в таблице 26.

Таблица 26

Наименование продукта	Пигмент	Концентрация пигмента
Дисперсия синего пигмента 9 S727	P. Blue 15: 3 (фталоцианиновый синий)	30 массовых процентов
Дисперсия красного пигмента 9 R232	P. Red 149 (периленовый красный)	12 массовых процентов
Дисперсия зеленого пигмента 9 G607	P. Green 7 (фталоцианиновый зеленый)	30 массовых процентов
Дисперсия желтого пигмента 9 Y311	P. Yellow 128 (азокраситель желтый)	24 массовых процента
Дисперсия белого пигмента 9 W892	P. White 6 (диоксид титана)	75 массовых процентов
Дисперсия черного пигмента 9 B989	P. Black 7 (технический углерод)	45 массовых процентов

Дисперсия технического углерода (50 процентов в 9003 вместе с CC-42NS)		P. Black 7 (технический углерод MOGUL™ E)	55 массовых процентов
В чашу Мах 60 добавляли нижеследующее			
	Компонент	Граммы	Массовый процент
5	дисперсия оксида алюминия (78 процентов в 9003 вместе с Rhod RS-610)	27,9720	37,8
	винилтриметоксисилановый акцептор влаги Z-76300	0,7400	1
	фенотиазиновый ингибитор ФТЗ	0,0740	0,1
	Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин		
	аддукт ¹	5,5500	7,5
10	аддукт ²	5,5500	7,5
	Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин		
	фотоинициатор ¹³	3,7000	5
	фотоинициатор ¹⁴	2,2200	3
	дисперсия воска ПЭ ¹⁵	3,7000	5
15	Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
	Смачиватель	0,1480	0,2
	силиконовый пеногаситель	0,3700	0,5
	Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
	пропоксилированный глицерилтриакрилат ¹⁶	3,7000	5
20	алифатический уретандиакрилат ⁴	11,1000	15
	Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин - 2 раза		
	Итого	64,8240	87,6

Вышеупомянутую рецептуру добавляли в отдельные контейнеры Мах 20 и добавляли следующие далее компоненты			
25	Компонент	Граммы	Массовый процент
	вышеупомянутая рецептура, подвергнутая скоростному перемешиванию	8,76	87,6
	дисперсии пигментов из таблицы 25	0,79	7,9
	Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
30	акриловая кислота	0,45	4,5
	Скоростное перемешивание в течение 5 мин при 3000 об/мин		
	Итого	10,00	100,00

Таблица 27								
35	Примеры	36	37	38	39	40	41	42
	Результаты/цвет	СИНИЙ	КРАСНЫЙ	ЗЕЛЕНый	ЖЕЛТЫЙ	БЕЛЫЙ	ЧЕРНЫЙ, PENN	ЧЕРНЫЙ, DOW
	рабочее время при 70°F/46 процентах ОВ	22 минуты	28 минут	20 минут	23 минут	16 минут	16 минут	17 минут
40	срок годности при хранении при 55°C	Успешное прохождение испытания, 10 дней						
	светопропускание (процент)	18,3	32,2	34,3	64,2	33,7	0,13	0,12
45	испытание на адгезию по методу решетчатого надреза (первоначально)	5В	5В	5В	4В	5В	4В	5В

50	адгезия в кипящей воде	Успешное прохождение испытания, 6 дней, 4В						
----	------------------------	--	--	--	--	--	--	--

универсальная твердость (по истечении 24 часов)	150,67	160,37	147,15	153,27	173,90	113,20	151,84
---	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

5 Результаты демонстрируют возможность получения покрытий при использовании широкого ассортимента других цветов без оказания значительного негативного влияния на срок годности жидких рецептур при хранении или на адгезию отвержденных покрытий. Кроме того, все данные покрытия успешно прошли
10 испытание на 100-процентную адгезию КР к клеям ВЕТАСЕАЛ™ при проведении испытания в сухом состоянии.

Примеры 37-38

Высокомолекулярный алкоксисиланфункциональный аддукт получали так, как это описывается далее. Данный аддукт называют аддуктом III.

15 Высокомолекулярный аддукт получали в результате добавления 222 г аминопропилтриметоксисилана DYNASILAN™ Damo к 269 г (соотношение между эпоксиэквивалентами и аминоэквивалентами 14:1) эпоксипропилтриметоксисилана SILQUEST™ А-187 и проведения перемешивания при 60°С в течение 5 часов. Получающийся в результате продукт реакции
20 промежуточный продукт А подвергали испытанию для определения amino- и эпоксиэквивалентов. Масса целевого аминоэквивалента составляет 240-250. К 28,03 г промежуточного продукта А добавляют 50,04 г изоборнилакрилата и температуру доводят до 40-45°С. Медленно при перемешивании добавляют 21,93 г
25 промежуточного соединения В. Смесь перемешивали в течение 15 минут. Промежуточное соединение В получали в результате введения в контакт (ТМДИ) и 91,31 г триметилгексаэтилендиизоцианата и 58,41 г меркаптопропилтриметоксисилана DYNASILON™ МТМО и проведения перемешивания при 50°С. Добавляли дилаурат дибутилолова (0,105 г) в 0,705 г
30 толуола. Смесь в результате прохождения экзотермической реакции в течение 60 минут выдерживается при температуре 85°С. Реакции дают возможность протекать вплоть достижения уровня содержания изоцианата, равного 15,6-16 процентам.

Получающийся в результате аддукт использовали в описанной рецептуре покрытия и получали так, как это описывается в таблице 28.

35 Покрытия наносили на стекло на «сторону олова» у стекла при использовании проволочного прутка #10, #8 до получения толщины сухого волокнистого покрытия 13 микрон. Покрытия отверждали с одной попытки под действием УФ-излучения ксеноновой лампы при времени пребывания 10 секунд и 10 футах в минуту.
40 Покрытия подвергали испытаниям по истечении 3 дней. Клеи наносили так, как это описывалось ранее, и подвергали испытанию по завершении воздействия различных условий. Результаты скомпилированы в таблице 28.

Таблица 28		
Данные по адгезии		
Примеры	37	38
1. Твердость		
0 дней на открытом воздухе	600	600
4 дня на открытом воздухе	1400	1200
2. Испытание на адгезию по методу решетчатого надреза		
0 дней на открытом воздухе	3В	3В
4 дня на открытом воздухе	4В	4В
3. Адгезия		

	А. Комнатная температура		
	Клей 1	100КР	100КР
	Клей 2	100КР	100КР
	Клей 3	100КР	100КР
5	В. 14 дней при 38/100		
	Клей 1	100КР	100КР
	Клей 2	100КР	100КР
	Клей 3	100КР	0КР
10	С. Припарка		
	1	100КР	100КР
	2	100КР	100КР
	3	100КР	100КР
15	Воздействие		
	D. Водяная баня при 90°C		
	1 день		
	1	100КР	100КР
	2	100КР	100КР
	3	100КР	100КР
20	2 дня		
	1	100КР	100КР
	2	100КР	100КР
	3	100КР	100КР
25	3 дня		
	1	100КР	100КР
	2	100КР	100КР
	3	100КР	100КР
30	4 дня		
	1	100КР	95КР, 5PF
	2	100КР	100КР
	3	100КР	95КР, 5PF
35	5 дней		
	1	50КР, 50PF	30КР, 70PF
	2	100КР	50КР, 50AP
	3		100КР
40	E. 80°C/100 процентов ОВ		
	7 дней		
	1	100КР	30КР, 70PF
	2	100КР	100КР
	3	100КР	100КР
45			

Методика испытания по способу припарки заключается в оказании на образцы воздействия от пребывания в нагретой водяной бане при 70°C в течение 7 дней. Образцы заворачивают в хлопковую вату и запечатывают в полиэтиленовый пакет. После этого образцы помещали в морозилку на 16 часов при -20°C, после чего образцам давали возможность находиться при комнатной температуре в течение 2 часов. Цикл повторяют несколько раз, после чего образец вынимают из пакета и подвергают испытанию QKA.

Подвергнутые испытанию покрытия характеризовались универсальной

твёрдостью 181, твёрдостью по Викерсу 14, модулем упругости (6 Па) 4,82, максимальным вдавливанием 875 микронметров и процентным пропусканием света 0,22 процента.

		Таблица 29	
Компонент	37	38	
	Грамм	Грамм	
дисперсия технического углерода	2,73	2,73	
дисперсия оксида алюминия	13,20	13,20	
винилтриметоксисилан ¹⁰	0,35	0,35	
фенотиазин ФТЗ	0,04	0,04	
Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин			
аддукт I	2,63	0,00	
аддукт II	2,63	5,00	
аддукт III	2,00	4,00	
Скоростное перемешивание в течение 5 минут при 3000 об/мин			
смачиватель	0,175	0,175	
силиконовый пеногаситель	0,175	0,175	
фотоинициатор ¹³	1,75	1,75	
фотоинициатор ¹⁴	1,05	1,05	
изоборнилакрилат	1,00	1,00	
алифатический уретандиакрилат ⁴	7,00	7,00	
акриловая кислота	1,575	1,575	
Итого	36,29		

18. Силановый пеногаситель FOAMBLAST™ 30 F от компании Lubrizol.

Формула изобретения

1. Изделие, содержащее подложку из стекла, имеющую нанесенные на нее одно или несколько покрытий, содержащих продукт реакции между:

- а) одной или несколькими пленкообразующими смолами, имеющими, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться;
- б) одним или несколькими реакционноспособными разбавителями, способными вступать в реакцию с пленкообразующей смолой;
- в) одним или несколькими соединениями, способными промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержащими один или более аддукт реакции присоединения Майкла, имеющий несколько алкоксисиланов, один или более высокомолекулярный аддукт, имеющий несколько алкоксисиланов или их смесь;
- г) одним или несколькими соединениями, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой и которые также содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент; и
- д) одного или нескольких металлов или оксидов металлов, которые делают покрытие отражающим.

2. Изделие по п.1, в котором одно или более соединений, способных промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержащих продукты реакции присоединения Майкла между силоксаном, дополнительно содержащим один или несколько функциональных фрагментов, содержащих активный водород, являющихся вторичными аминами с соединением, имеющим две и более акрилатных групп, причем продукты реакции присоединения имеют четыре или более силоксигрупп, по меньшей мере, одну акрилатную группу и третичные амины.

3. Изделие по п.1, в котором, по меньшей мере, один из одного или нескольких

пигментов способен блокировать пропускание ультрафиолетового излучения.

4. Изделие по п.1, которое содержит один или несколько металлов или соединений металлов, которые делают покрытие отражающим.

5. Изделие по п.3, в котором способные полимеризоваться функциональные группы пленкообразующей смолы полимеризуются при воздействии облучения, и композиция дополнительно содержит f) один или несколько катализаторов или инициаторов, способных инициировать прохождение полимеризации для пленкообразующей смолы.

6. Изделие по п.3, которое дополнительно содержит один или несколько наполнителей, способных придавать композиции абразивостойкость, когда композиция заполимеризуется.

7. Изделие по п.3, в котором промотор адгезии представляет собой смесь аддукта реакции присоединения Майкла и высокомолекулярного аддукта, имеющего несколько алкоксисиланов.

8. Композиция, содержащая:

a) одну или несколько пленкообразующих смол, имеющих, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться;

b) один или несколько реакционноспособных разбавителей, способных вступать в реакцию с пленкообразующей смолой;

c) одно или несколько соединений, способных промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержащими один или более аддукт реакции присоединения Майкла, имеющий несколько алкоксисиланов, один или более высокомолекулярный аддукт, имеющий несколько алкоксисиланов или их смесь;

d) одно или несколько соединений, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой и которые также содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент; и

e) один или несколько из одного или нескольких металлов или соединений металлов, которые делают композицию отражающей, как только композиция будет отверждена, при этом металлом являются галлий, медь, хром, никель, олово, железо, кобальт, серебро и золото или их оксиды или различные смеси таких металлов и оксидов.

9. Композиция по п.8, в которой одно или более соединений, способных промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержащих продукты реакции присоединения Майкла между силоксаном, дополнительно содержащим один или несколько функциональных фрагментов, содержащих активный водород, являющихся вторичными аминами с соединением, имеющим две и более акрилатных групп, причем продукты реакции присоединения имеют четыре или более силоксигрупп, по меньшей мере, одну акрилатную группу и третичные амины.

10. Композиция по п.8, в которой способные полимеризоваться функциональные группы пленкообразующей смолы полимеризуются при воздействии облучения, и композиция дополнительно содержит f) один или несколько катализаторов или инициаторов, способных инициировать прохождение полимеризации для пленкообразующей смолы.

11. Композиция по п.8, в которой одна или несколько пленкообразующих смол содержит ненасыщенные фрагменты, которые полимеризуются при воздействии ультрафиолетового излучения, а инициатором является фотоинициатор.

12. Композиция по п.8, которая дополнительно содержит один или несколько наполнителей, способных придавать композиции абразивостойкость, когда композиция заполимеризуется.

13. Изделие, в котором композиция покрытия по любому одному из пп.8-12 расположена на стекле, а расположенным на покрытии является покрытие, содержащее продукт реакции между:

5 а) одной или несколькими пленкообразующими смолами, имеющими, по меньшей мере, одну функциональную группу, способную полимеризоваться;

б) одним или несколькими реакционноспособными разбавителями, способными вступать в реакцию с пленкообразующей смолой;

10 в) одним или несколькими соединениями, способными промотировать адгезию между композицией и стеклом, способными промотировать адгезию между композицией и стеклом, содержащими один или более аддукт реакции присоединения Майкла, имеющий несколько алкоксисиланов, один или более высокомолекулярный аддукт, имеющий несколько алкоксисиланов или их смесь;

15 д) одним или несколькими соединениями, которые вступают в реакцию с пленкообразующей смолой, и которые также содержат, по меньшей мере, один кислотный фрагмент; и

е) одним или несколькими пигментами или красителями, которые делают покрытие частично непрозрачным или непрозрачным.

20 14. Оконная конструкция, содержащая оконную раму и окно, которое содержит изделие по любому одному из пп.1-7, 13.

15. Оконная конструкция по п.14, в которой отвержденное покрытие приклеивают к клею, а клей дополнительно приклеивают к оконной раме конструкции.

16. Конструкция перемычки, содержащая изделие по п.4.

25 17. Конструкция перемычки по п.16, которая дополнительно содержит материал изоляционной панели, приклеенный к непрозрачному покрытию.

18. Способ нанесения покрытия на подложку из стекла, включающий нанесение композиции покрытия по п.8 на поверхность подложки из стекла и отверждение покрытия на подложке из стекла с нанесенным покрытием.

30 19. Способ по п.18, в котором на подложку из стекла наносят более чем одно покрытие, содержащее пигменты или красители, где каждое покрытие содержит свой собственный цветной пигмент.

35

40

45

50