

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-1785

(P2009-1785A)

(43) 公開日 平成21年1月8日(2009.1.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO8F 8/42 (2006.01)	CO8F 8/42	4J036
CO8G 59/14 (2006.01)	CO8G 59/14	4J038
CO9D 133/00 (2006.01)	CO9D 133/00	4J100
CO9D 151/06 (2006.01)	CO9D 151/06	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L 外国語出願 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2008-129722 (P2008-129722)	(71) 出願人	504037346
(22) 出願日	平成20年5月16日 (2008.5.16)		バイエル・マテリアルサイエンス・アクチ エンゲゼルシャフト
(31) 優先権主張番号	102007023282.0		Bayer Material Science AG
(32) 優先日	平成19年5月18日 (2007.5.18)		ドイツ連邦共和国デー-51368レーフ エルターゼン
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100081422
			弁理士 田中 光雄
		(74) 代理人	100101454
			弁理士 山田 卓二
		(74) 代理人	100104592
			弁理士 森住 憲一
		(74) 代理人	100083356
			弁理士 柴田 康夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アミノシランとエポキシ官能性ポリアクリレートを含んでなるシランワニス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】貯蔵安定性の良好なシランコーティング剤を提供する。

【解決手段】A) a) 必要に応じてグリシジルアクリレートと混合された、グリシジルメ
タクリレート5~40重量%; b) ビニルモノマー50~93.9重量%; c) メルカプ
トシラン1~20重量%; およびd) フリーラジカル開始剤0.1~5重量%を重合する
ことによってグリシジル(メタ)アクリレートコポリマーを調製し、B) グリシジル(メ
タ)アクリレートコポリマーのエポキシ基の少なくとも部分的な反応および開環によっ
て、該グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーとアミノアルキルトリアルコキシシラン
を反応させることによりアルコキシシリル含有ポリマーを製造する。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

A) a) 必要に応じてグリシジルアクリレートと混合された、グリシジルメタクリレート 5 ~ 40 重量% ;

b) ビニルモノマー 50 ~ 93.9 重量% ;

c) メルカプトシラン 1 ~ 20 重量% ; および

d) フリーラジカル開始剤 0.1 ~ 5 重量%

を重合することによってグリシジル(メタ)アクリレートコポリマーを調製し、
および

B) グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーのエポキシ基の少なくとも部分的な反応
および開環によって、該グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーとアミノアルキルト
リアルコキシシランを反応させる

ことを含む、アルコキシシラン含有ポリマーの製造方法。

【請求項 2】

前記ビニルモノマー b) は、脂肪族 C₁ ~ C₂₂ モノオール、脂環式 C₅ ~ C₂₇ モノ
オールまたは芳香脂肪族 C₇ ~ C₁₄ - モノオール、若しくはテトラヒドロフルフリルア
ルコールまたは(ポリ)エチレングリコールモノメチルエーテルのアクリル酸エステルま
たはメタクリル酸エステルを含んでなり、有用なビニルモノマーは、更にスチレン、
-メチルスチレン、3-または4-メチルスチレン、酢酸ビニル、ビニルエステルまたはア
クリロニトリルを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

c) はメルカプトプロピルトリメトキシシランを含んでなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記 B) のアミノアルキルトリアルコキシシランはアミノプロピルトリアルコキシシラ
ンを含んでなる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記 B) のアミノアルキルトリアルコキシシラン中の第 1 級アミノ基と前記 A) で得た
グリシジル(メタ)アクリレートコポリマー中のエポキシ基の比は 1.2 ~ 5 の範囲内
である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

請求項 1 に記載の方法によって製造されたアルコキシシラン含有ポリマー。

【請求項 7】

請求項 6 に記載の少なくとも 1 種のアルコキシシラン含有ポリマーを含んでなる被覆組
成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アミノシランとグリシジル(メタ)アクリレートコポリマーの反応によって
得られるシランコーティングに関する。

【背景技術】

【0002】

JP 2003 - 337324 は、グリシジルメタクリレートコポリマーとアルキルアミ
ノシランの反応生成物を記載し、ここで、シラン上の第 2 級アミノ基は形成中の架橋を低
減するとされている。アルキルアミノシランは、工業上、アミノシランよりも入手が容易
でない。

【0003】

JP 1987 - 108137 および JP 1985 - 292453 は、グリシジルメタク
リレートコポリマーまたはアリルグリシジルエーテルコポリマーと、アミノシランとエポ
キシシランの付加物との反応を記載する。

【0004】

10

20

30

40

50

JP 1982-51179は、グリシジルメタクリレートコポリマーとアミノエチルアミノプロピルトリメトキシシランの反応を記載する。この系は、貯蔵安定性に乏しい。

【特許文献1】JP 2003-337324

【特許文献2】JP 1987-108137

【特許文献3】JP 1985-292453

【特許文献4】JP 1982-51179

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の態様

本発明の実施形態は、

A) a) 必要に応じてグリシジルアクリレートと混合された、グリシジルメタクリレート5～40重量%；

b) ビニルモノマー50～93.9重量%；

c) メルカプトシラン1～20重量%；および

d) フリーラジカル開始剤0.1～5重量%

を重合することによってグリシジル(メタ)アクリレートコポリマーを調製し、および

B) グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーのエポキシ基の少なくとも部分的な反応および開環によって、該グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーとアミノアルキルトリアルコキシシランを反応させる

ことを含む、アルコキシシリル含有ポリマーの製造方法である。

【0006】

本発明の別の実施形態は、前記ビニルモノマーb)は、脂肪族 $C_{1} \sim C_{22}$ モノオール、脂環式 $C_{5} \sim C_{27}$ モノオールまたは芳香脂肪族 $C_{7} \sim C_{14}$ -モノオール、若しくはテトラヒドロフルフリルアルコールまたは(ポリ)エチレングリコールモノメチルエーテルのアクリル酸エステルまたはメタクリル酸エステルを含んでなる前記方法である。有用なビニルモノマーとしては、更にスチレン、 α -メチルスチレン、3-または4-メチルスチレン、酢酸ビニル、ビニルエステルまたはアクリロニトリルが挙げられる。

【0007】

本発明の別の実施形態は、c)はメルカプトプロピルトリメトキシシランを含んでなる前記方法である。

【0008】

本発明の別の実施形態は、前記B)のアミノアルキルトリアルコキシシランはアミノプロピルトリアルコキシシランを含んでなる前記方法である。

【0009】

本発明の別の実施形態は、前記B)のアミノアルキルトリアルコキシシラン中の第1級アミノ基と前記A)で得たグリシジル(メタ)アクリレートコポリマー中のエポキシ基の比は1.2～5の範囲内である、前記方法である。

【0010】

本発明の更なる別の実施形態は、前記方法によって製造されたアルコキシシリル含有ポリマーである。

【0011】

本発明の更なる別の実施形態は、前記方法によって製造された少なくとも1種のアルコキシシリル含有ポリマーを含んでなる被覆組成物である。

【0012】

本発明の記述

本発明の目的は、アミノアルキルトリアルコキシシランとグリシジルメタクリレートコポリマーの簡易な反応によって得られる貯蔵安定性のシランワニスを提供することである。

。

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】

【0013】

グリシジルメタクリレートコポリマーは、分子量規制のためにメルカプトシランを用いてこれを生成させた場合、アミノ官能性シランによってワニスに特に調製し易いことを見出した。

【0014】

従って、本発明は、

A) a) グリシジルアクリレートを含有し又はこれを含有しない、グリシジルメタクリレート5～40重量%；

b) ビニルモノマー50～93.9重量%；

c) メルカプトシラン1～20重量%；および

d) フリーラジカル開始剤0.1～5重量%

を重合することによってグリシジル(メタ)アクリレートコポリマーを調製し、および引き続き、

B) グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーのエポキシ基の少なくとも部分的な反応および開環によって、該グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーとアミノアルキルトリアルコキシシランを反応させる

ことを含む、アルコキシシリル含有ポリマーの製造方法を提供する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

グリシジル(メタ)アクリレートコポリマーへの重合時間は、通常、使用する開始剤の半減期が5分～10時間の範囲内となるような温度で選択される。重合は、40～180で行うことが好ましい。

【0016】

反応時間は、1～48時間の範囲内が好ましい。

【0017】

トルエン、酢酸エチル、酢酸ブチル、MPA、キシレン、イソプロパノール、ブタノールなどの不活性溶媒中、重合すべき成分a)～d)の量を基準に0.1～2重量部の溶媒を用いて反応を行うことが好ましい。

【0018】

バッチ操作として、連続操作として、或いは好ましくは半バッチ操作(反応物質の計量添加)として、反応を行うことができる。成分a)～d)は、個別にまたは混合物として計量することができる。

【0019】

成分a)は、グリシジルアクリレートを含有し又はこれを含有しないグリシジルメタクリレートを含んでなり、好ましくはグリシジルメタクリレートだけである。

【0020】

成分b)は、脂肪族 $C_{11} \sim C_{22}$ モノオール、脂環式 $C_5 \sim C_{27}$ モノオールまたは芳香脂肪族 $C_7 \sim C_{14}$ -モノオール、若しくはテトラヒドロフルフリルアルコールまたは(ポリ)エチレングリコールモノメチルエーテルのアクリル酸エステルまたはメタクリル酸エステルを含んでなる。有用なビニルモノマーには、更にスチレン、 α -メチルスチレン、3-または4-メチルスチレン、酢酸ビニル、ビニルエステルまたはアクリロニトリルが含まれる。

【0021】

成分c)は、メルカプトプロピルトリアルコキシシラン、好ましくはメルカプトプロピルトリメトキシシランを含んでなる。

【0022】

成分d)は、AIBNなどのアゾ化合物、または過酸化ベンゾイル、ペルエステル、ジ-tert-ブチル過酸化物、クミル過酸化物、ケトン過酸化物などの過酸化物、または過炭酸(percarbonic)エステルを含む。

10

20

30

40

50

【0023】

グリシジルメタクリレートコポリマーは、
 グリシジルアクリレートを含むし又はこれを含むしないグリシジルメタクリレート10～30重量%、
 ビニルモノマー53～84.8重量%、
 メルカプトシラン5～15重量%、および
 フリーラジカル開始剤0.2～2重量%
 を用いて形成するのが好ましい。

【0024】

好ましくはアミノプロピルトリアルコキシシラン、より好ましくはアミノプロピルトリ
 メトキシシランを、B)中で使用する。 10

【0025】

段階B)での添加は、そのまま或いはトルエン、酢酸エチル、酢酸ブチル、MPA、キシレン、イソプロパノール、ブタノールなどの溶媒に溶解して行うことができる。反応温度は15～50の範囲内であり、反応時間は30分～7日の範囲内である。

【0026】

アミノアルキルトリアルコキシシラン中の第1級アミノ基とA)から得たポリマー中のエポキシ基の比は1.2～5の範囲内が好ましく、より好ましくは1.4～2.4の範囲内である。

【0027】

本発明は更に、アルコキシシリル含有ポリマーおよびこうして得られるワニス、並びにそれから得られ、これを含む被覆組成物を提供する。 20

【0028】

この被覆組成物は、好ましくは0～5重量%、好ましくは0.1～3重量%の触媒、例えばスルホン酸または錫化合物を更に含む。

【0029】

使用に際し、被覆組成物を噴霧、ナイフ塗布または浸漬によって、好ましくは噴霧によって基材に塗布し、15～250の温度で1分～7日間乾燥する。

【0030】

本発明は更に、本発明のアルコキシシリル含有ポリマーを使用することによって得られるコーティングを提供する。 30

【0031】

上記した文献は全て、ここに引用することによって、有用な全目的のために、その全体が本願明細書に組み込まれる。

【0032】

本発明を具体化するある特定の構造を示し記載するが、本発明概念の精神と範囲から逸脱することなく一部の様々な変形および再調整をなし得ること、および該精神と範囲はここに示し記載された特定形態に限定されないことは、当業者にとって明らかである。

【実施例】

【0033】

特記しない限り、全てのパーセンテージは重量による。 40

実施例1

グリシジルメタクリレート142g、メチルメタクリレート100g、ブチルアクリレート158g、イソプロパノール400g、メルカプトプロピルトリメトキシシラン40gおよびAIBN4gを、80で2時間にわたって滴下添加によりフラスコへ投入した後、4時間攪拌した。次いで、30以下に冷却後、アミノプロピルトリメトキシシラン300gとイソプロパノール300gを滴下添加し、25で7日間放置した。

【0034】

実施例2 50

グリシジルメタクリレート 142 g、ブチルアクリレート 458 g、イソプロパノール 600 g、メルカプトプロピルトリメトキシシラン 40 g および AIBN 4 g を、80 で 2 時間にわたって滴下添加によりフラスコへ投入した後、4 時間撹拌した。次いで、30 以下に冷却後、アミノプロピルトリメトキシシラン 300 g とイソプロパノール 300 g を滴下添加し、25 で 7 日間放置した。

【0035】

実施例 3

グリシジルメタクリレート 142 g、ブチルアクリレート 258 g、イソプロパノール 400 g、メルカプトプロピルトリメトキシシラン 40 g および AIBN 4 g を、80 で 2 時間にわたって滴下添加によりフラスコへ投入した後、4 時間撹拌した。次いで、30 以下に冷却後、アミノプロピルトリメトキシシラン 300 g とイソプロパノール 300 g を滴下添加し、25 で 7 日間放置した。

【0036】

実施例 4

グリシジルメタクリレート 142 g、ブチルアクリレート 358 g、イソプロパノール 500 g、メルカプトプロピルトリメトキシシラン 40 g および AIBN 4 g を、80 で 2 時間にわたって滴下添加によりフラスコへ投入した後、4 時間撹拌した。次いで、30 以下に冷却後、アミノプロピルトリメトキシシラン 300 g とイソプロパノール 300 g を滴下添加し、25 で 7 日間放置した。

【0037】

実施例 5

グリシジルメタクリレート 142 g、メチルアクリレート 458 g、イソプロパノール 600 g、メルカプトプロピルトリメトキシシラン 40 g および AIBN 4 g を、80 で 2 時間にわたって滴下添加によりフラスコへ投入した後、4 時間撹拌した。次いで、30 以下に冷却後、アミノプロピルトリメトキシシラン 300 g とイソプロパノール 300 g を滴下添加し、25 で 7 日間放置した。

【0038】

性能試験：

実施例 1、2、4 および 5 のワニスを 2% のドデシルベンゼンスルホン酸 (DBS) と混合し、酢酸エチルによって固形分 35% に調節し、Sata HVLP Minijet 噴霧機上で、1 bar の圧力にて 5 回吹付パス、噴霧した。RT は室温であり、耐ガソリン性は非常に良好であり、耐ガソリン性は不良である。50 での強制乾燥を、水蒸気飽和雰囲気で行った。以下の結果が得られた。

【0039】

【表 1】

実施例	1	2	4	5
層厚み[μ]	35	30	35	30
振子硬度				
RT 1日	94	46	48	39
RT 7日	130	67	87	85
1日+16時間50℃	144	48	57	85
7日+16時間50℃	157	60	89	87
耐ガソリン性				
RT 1日	0	3	0	0
RT 7日	0	1	0	0
1日+16時間50℃	0	2	0	0
7日+16時間50℃	0	0	0	0

【0040】

比較例

メルカプトプロピルトリメトキシシラン 40 g に代えてドデシルメルカプタン 40 g を調整剤として使用したこと以外は、実施例 1 を繰り返した。上記のとおり性能試験を行い、以下の値を有する 30 μ m 厚みの膜を得た。

【 0 0 4 1 】

振子硬度

RT 1日	34
RT 7日	70
1日+16時間 50°C	75
7日+16時間 50°C	87

10

【 0 0 4 2 】

耐ガソリン性

RT 1日	5
RT 7日	3
1日+16時間 50°C	3
7日+16時間 50°C	1

20

【 0 0 4 3 】

シリル不含有の調整剤を使用すると、架橋が悪化（硬度および耐ガソリン性）することが判る。

フロントページの続き

(74)代理人 100156144

弁理士 落合 康

(72)発明者 ミヒャエル・ルーデヴィヒ

ドイツ連邦共和国デー - 5 1 3 7 3 レーフェルクーゼン、ギスベルト - クレーマー - シュトラーセ
7 0 番

(72)発明者 ブルクハルト・ケーラー

ドイツ連邦共和国デー - 3 4 2 8 9 ツィーレンベルク、カスターニエンヴェーク 5 ベー番

(72)発明者 ラインハルト・ヘルトランプフ

ドイツ連邦共和国デー - 4 0 7 6 4 ランゲンフェルト、クロスターシュトラーセ 4 4 番

(72)発明者 クリスティアン・ヴァンプレヒト

ドイツ連邦共和国デー - 4 1 4 7 2 ノイス、レガッタシュトラーセ 2 0 番

Fターム(参考) 4J036 AK11 CB04 CC03

4J038 CG131 CH171 CP071 DL081 DL091

4J100 AL03P AL10Q BA04H BA28H BA51H BA77H CA05 CA31 FA04 FA06

HA61 HC47 HC70 HC78 JA01

【外国語明細書】

TITLE OF THE INVENTION

Silane Varnishes Comprising Aminosilanes and Epoxy-Functional Polyacrylates

5

BACKGROUND OF THE INVENTION

The invention relates to silane coatings obtainable by reaction of aminosilanes with glycidyl (meth)acrylate copolymers.

10 JP 2003-337324 describes reaction products of glycidyl methacrylate copolymers with alkylaminosilanes where the secondary amino group on the silane is said to reduce crosslinking during formation. Alkylaminosilanes are industrially less readily available than aminosilanes.

15 JP 1987-108137 and JP 1985-292453 describe the reaction of glycidyl methacrylate copolymers or allyl glycidyl ether copolymers with adducts of aminosilanes and epoxysilanes.

JP1982-51179 describes the reaction of glycidyl methacrylate copolymers with aminoethylaminopropyltrimethoxysilane. These systems have poor stability in storage.

EMBODIMENTS OF THE INVENTION

20 An embodiment of the present invention is a process for preparing alkoxy-silyl-containing polymers, comprising A) preparing a glycidyl (meth)acrylate copolymer by polymerizing a) 5 % to 40 % by weight of glycidyl methacrylate, which is optionally mixed with glycidyl acrylate; b) 50 % to 93.9 % by weight of vinyl monomers; c) 1 % to 20 % by weight of mercaptosilanes; and d) 0.1 % to 5 % by weight of free-radical initiators; and B) reacting
25 said glycidyl (meth)acrylate copolymer with aminoalkyltrialkoxysilanes by at least partial reaction and opening of epoxy groups of the glycidyl (meth)acrylate copolymer.

Another embodiment of the present invention is the above process, wherein said vinyl monomers b) comprise acrylic or methacrylic esters of aliphatic C1-C22 mono-ols, cycloaliphatic C5-C27 mono-ols or araliphatic C7-C14-mono-ols, or tetrahydrofurfuryl
30 alcohol or (poly)ethylene glycol monomethyl ether. Useful vinyl monomers further include

styrene, alpha-methylstyrene, 3- or 4-methylstyrene, vinyl acetate, vinyl esters or acrylonitrile.

Another embodiment of the present invention is the above process, wherein c) comprises mercaptopropyltrimethoxysilane.

- 5 Another embodiment of the present invention is the above process, wherein said aminoalkyltrialkoxysilanes of B) comprise aminopropyltrialkoxysilanes.

Another embodiment of the present invention is the above process, wherein the ratio of primary amino groups in said aminoalkyltrialkoxysilanes of B) to epoxy groups in said glycidyl (meth)acrylate copolymer obtained in A) is in the range of from 1.2 to 5.

- 10 Yet another embodiment of the present invention is an alkoxy-silyl-containing polymer prepared by the above process.

Yet another embodiment of the present invention is a coating composition comprising at least one alkoxy-silyl-containing polymer prepared by the above process.

DESCRIPTION OF THE INVENTION

- 15 It is an object of the present invention to provide storage-stable silane varnishes obtainable by simple reaction of aminoalkyltrialkoxysilanes with glycidyl methacrylate copolymers.

- It has now been found that glycidyl methacrylate copolymers are especially readily formulatable with amino-functional silanes into varnishes when formed using mercaptosilanes for molecular weight regulation.
- 20

The invention accordingly provides a process for preparing alkoxy-silyl-containing polymers, which comprises

A) a glycidyl methacrylate copolymer being prepared by polymerization of

- a) 5% to 40% by weight of glycidyl methacrylate with or without glycidyl acrylate,
- 25 b) 50% to 93.9% by weight of vinyl monomers,
- c) 1% to 20% by weight of mercaptosilanes, and
- d) 0.1% to 5% by weight of free-radical initiators

and subsequently being

B) reacted with aminoalkyltrialkoxysilanes by at least partial reaction and opening of epoxy groups of the glycidyl (meth)acrylate copolymer.

The polymerization time to glycidyl (meth)acrylate copolymers is typically chosen such temperature that the half-life of the initiators used is in the range from 5 min to 10 hours.

5 The polymerization is preferably carried out at 40 to 180°C.

The reaction time is preferably in the range from 1 to 48 hours.

The reaction is preferably carried out in inert solvents, such as toluene, ethyl acetate, butyl acetate, MPA, xylene, isopropanol, butanol, using 0.1 to 2 parts by weight of solvent, and based on the amount of the components a) to d) to be polymerized.

10 The reaction can be carried out as a batch operation, as a continuous operation or preferably as a semi-batch operation (metered addition of reactants). The components a) to d) can be metered individually or as mixtures.

Component a) comprises glycidyl methacrylate with or without glycidyl acrylate, preferably just glycidyl methacrylate.

15 Component b) comprises the acrylic or methacrylic esters of aliphatic C1-C22 mono-ols, cycloaliphatic C5-C27 mono-ols or araliphatic C7-C14 mono-ols, or tetrahydrofurfuryl alcohol or (poly)ethylene glycol monomethyl ether. Useful vinyl monomers further include styrene, alpha-methylstyrene, 3- or 4-methylstyrene, vinyl acetate, vinyl esters or acrylonitrile.

20 Component c) comprises mercaptopropyltrialkoxysilanes, preferably mercaptopropyltrimethoxysilane.

Component d) comprises azo compounds, such as AIBN, or peroxides, such as benzoyl peroxide, per-esters, di-tert-butyl peroxide, cumyl peroxide, ketone peroxides or percarbonic esters.

25 The glycidyl methacrylate copolymer is preferably formed using

10% to 30% by weight of glycidyl methacrylate with or without glycidyl acrylate

53% to 84.8% by weight of vinyl monomers

5% to 15% by weight of mercaptosilanes and

0.2% to 2% by weight of free-radical initiators.

It is preferably aminopropyltrialkoxysilanes and more preferably aminopropyltrimethoxysilanes which are used in B).

5 The addition in stage B) can take place alone or dissolved in solvents, such as toluene, ethyl acetate, butyl acetate, MPA, xylene, isopropanol, butanol. The reaction temperature is in the range from 15 to 50°C and the reaction time is in the range from 30 minutes to 7 days.

The ratio of primary amino groups in the aminoalkyltrialkoxysilanes to epoxy groups in the polymer obtained from A) is preferably in the range from 1.2 to 5 and more preferably in the range from 1.4 to 2.4.

10 The invention further provides the alkoxysilyl-containing polymers and also varnishes thus obtainable and also the coating compositions obtainable therefrom and comprising these.

These coating compositions preferably further comprise 0% to 5% by weight and preferably 0.1% to 3% by weight of catalysts, such as sulphonic acid or tin compounds.

15 In use, the coating compositions are applied to a substrate by spraying, blade coating or dipping, preferably by spraying, and dried at temperatures of 15 to 250°C for 1 minute to 7 days.

This invention further provides coatings obtainable by using the alkoxysilyl-containing polymers of the invention.

20 All the references described above are incorporated by reference in their entireties for all useful purposes.

While there is shown and described certain specific structures embodying the invention, it will be manifest to those skilled in the art that various modifications and rearrangements of the parts may be made without departing from the spirit and scope of the underlying inventive concept and that the same is not limited to the particular forms herein shown and
25 described.

EXAMPLES

All percentages are by weight, unless otherwise stated.

Example 1

30 A flask is charged with 142 g of glycidyl methacrylate, 100 g of methyl methacrylate, 158 g of butyl acrylate, 400 g of isopropanol, 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane and 4 g of AIBN by dropwise addition at 80°C over 2 h before stirring for 4 h. Then, after cooling to

below 30°C, 300 g of aminopropyltrimethoxysilane and 300 g of isopropanol are added dropwise and left to stand at 25°C for 7 days.

Example 2

5 A flask is charged with 142 g of glycidyl methacrylate, 458 g of butyl acrylate, 600 g of isopropanol, 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane and 4 g of AIBN by dropwise addition at 80°C over 2 h before stirring for 4 h. Then, after cooling to below 30°C, 300 g of aminopropyltrimethoxysilane and 300 g of isopropanol are added dropwise and left to stand at 25°C for 7 days.

Example 3

10 A flask is charged with 142 g of glycidyl methacrylate, 258 g of butyl acrylate, 400 g of isopropanol, 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane and 4 g of AIBN by dropwise addition at 80°C over 2 h before stirring for 4 h. Then, after cooling to below 30°C, 300 g of aminopropyltrimethoxysilane and 300 g of isopropanol are added dropwise and left to stand at 25°C for 7 days.

15 Example 4

A flask is charged with 142 g of glycidyl methacrylate, 358 g of butyl acrylate, 500 g of isopropanol, 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane and 4 g of AIBN by dropwise addition at 80°C over 2 h before stirring for 4 h. Then, after cooling to below 30°C, 300 g of aminopropyltrimethoxysilane and 300 g of isopropanol are added dropwise and left to stand at 25°C for 7 days.

Example 5

25 A flask is charged with 142 g of glycidyl methacrylate, 458 g of methyl acrylate, 600 g of isopropanol, 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane and 4 g of AIBN by dropwise addition at 80°C over 2 h before stirring for 4 h. Then, after cooling to below 30°C, 300 g of aminopropyltrimethoxysilane and 300 g of isopropanol are added dropwise and left to stand at 25°C for 7 days.

Performance testing:

30 The varnishes of Examples 1, 2, 4 and 5 were admixed with 2% of dodecylbenzenesulphonic acid (DBS), adjusted to a solids content of 35% with ethyl acetate and sprayed on a Sata HVLP Minijet spraying machine at 1 bar pressure in 5 spray passes. RT is room temperature, and a petrol resistance of 0 is very good and of

5 is poor. The forced drying at 50°C was carried out in a water vapour-saturated atmosphere. The following results were obtained:

Example	1	2	4	5
Layer thickness [μ]	35	30	35	30
Pendulum hardness				
RT 1 d	94	46	48	39
RT 7 d	130	67	87	85
1 d+16 h 50°C	144	48	57	85
7 d+16 h 50°C	157	60	89	87
Petrol resistance				
RT 1 d	0	3	0	0
RT 7 d	0	1	0	0
1 d+16 h 50°C	0	2	0	0
7 d+16 h 50°C	0	0	0	0

Comparative example

- 5 Example 1 is repeated except that 40 g of dodecyl mercaptan were used as regulator instead of 40 g of mercaptopropyltrimethoxysilane. Performance testing was carried out as described above, a 30 μm thick film being obtained with the following values:

Pendulum hardness

RT 1 d	34
10 RT 7 d	70
1 d+16 h 50°C	75
7 d+16 h 50°C	87

Petrol resistance

RT 1 d	5
--------	---

RT 7 d 3

1 d+16 h 50°C 3

7 d+16 h 50°C 1

5 The use of a silyl-free regulator is seen to lead to worse crosslinking (hardness and petrol resistance).

CLAIMS

1. A process for preparing alkoxy-silyl-containing polymers, comprising
 - A) Preparing a glycidyl (meth)acrylate copolymer by polymerizing
 - a) 5 % to 40 % by weight of glycidyl methacrylate, which is optionally mixed
5 with glycidyl acrylate;
 - b) 50 % to 93.9 % by weight of vinyl monomers;
 - c) 1 % to 20 % by weight of mercaptosilanes; and
 - d) 0.1 % to 5 % by weight of free-radical initiators; and
 - B) reacting said glycidyl (meth)acrylate copolymer with aminoalkyltrialkoxysilanes by
10 at least partial reaction and opening of epoxy groups of the glycidyl (meth)acrylate copolymer.
2. The process of claim 1, wherein said vinyl monomers b) comprise acrylic or methacrylic esters of aliphatic C1-C22 mono-ols, cycloaliphatic C5-C27 mono-ols or araliphatic C7-C14-mono-ols, or tetrahydrofurfuryl alcohol or (poly)ethylene glycol monomethyl ether. Useful vinyl monomers further include styrene, alpha-
15 methylstyrene, 3- or 4-methylstyrene, vinyl acetate, vinyl esters or acrylonitrile.
3. The process of claim 1, wherein c) comprises mercaptopropyltrimethoxysilane.
4. The process of claim 1, wherein said aminoalkyltrialkoxysilanes of B) comprise aminopropyltrialkoxysilanes.
- 20 5. The process of claim 1, wherein the ratio of primary amino groups in said aminoalkyltrialkoxysilanes of B) to epoxy groups in said glycidyl (meth)acrylate copolymer obtained in A) is in the range of from 1.2 to 5.
6. An alkoxy-silyl-containing polymer prepared by the process of claim 1.
7. A coating composition comprising at least one alkoxy-silyl-containing polymer of
25 claim 6.

ABSTRACT

The invention relates to silane coatings obtainable by reaction of aminosilanes with glycidyl (meth)acrylate copolymers.