



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 522**

51 Int. Cl.:
C09D 183/06 (2006.01)
C09D 183/04 (2006.01)
C08G 77/52 (2006.01)
C08G 77/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05784705 .5**
96 Fecha de presentación : **04.08.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1778808**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.05.2007**

54 Título: **Recubrimientos que absorben los UV y procedimientos para fabricar los mismos.**

30 Prioridad: **20.08.2004 US 922235**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
08.08.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
08.08.2011

73 Titular/es: **GUARDIAN INDUSTRIES Corp.**
2300 Harmon Road
Auburn Hills, Michigan 48326-1714, US

72 Inventor/es: **Wang, Yei-Ping y**
Laine, Richard, M.

74 Agente: **Fàbrega Sabaté, Xavier**

ES 2 363 522 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recubrimientos que absorben los UV y procedimientos para fabricar los mismos.

5 **CAMPO DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere en general al campo de los recubrimientos protectores que absorben los UV para sustratos, por ejemplo, vidrio.

10 **TÉCNICA ANTERIOR Y RESUMEN DE LA INVENCION**

15 Existe una necesidad continua de bloquear la transmisión ultravioleta (UV) (longitud de onda <380 nm) de la radiación solar a través del vidrio de ventana. A este respecto, U.S. 6.106.605 de Basil *et al.* (todo el contenido de la cual se incorpora expresamente en la presente por referencia) divulga un recubrimiento resistente a la abrasión, libre de sílice compuesto por un compuesto orgánico que absorbe los UV, como la hidroxibenzofenona en una matriz de óxido inorgánico formada por hidrólisis y condensación de un organoalcoxisilano. Todavía se buscan mejoras a los recubrimientos UV y sus procedimientos de fabricación.

20 La patente U.S. nº 4.051.161 de Proskow (todo el contenido de la cual se incorpora en la presente por referencia) divulga varios monómeros de alcoxisilano-benzofenona preparados por reacción de un alcoxisilano que contiene una fracción epóxido con un grupo hidroxilo en una hidroxibenzofenona para formar un α,β hidroxíeter que une covalentemente la hidroxibenzofenona y el silano. De esta manera, según Proskow '161, las especies monoméricas pueden incorporarse en polímeros que contienen ácido polisilícico (por ejemplo, sílice) y sistemas de fluorocopolímero hidroxilado.

25 Los recubrimientos que absorben los UV también se han hecho y vendido más de un año antes de la fecha de la presente solicitud en la que una solución (alcohólica) de n-propanol de tetrahidroxibenzofenona, 3-glicidoxipropil trimetoxi silano, y ácido acético se aplicó sobre vidrio como recubrimiento después de hidrolizar primero parcialmente el componente de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano. A continuación se calentó el sustrato de vidrio recubierto de entre aproximadamente 200°C hasta aproximadamente 220°C para reticular el componente de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano mediante polimerización por apertura del anillo y reticulación de los mismos. Las fracciones de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano reticuladas sirven por tanto como una matriz en la que el compuesto de tetrahidroxibenzofenona es atado físicamente.

30 El documento US 4.555.559 divulga un procedimiento para formar un recubrimiento que absorbe los UV utilizando un compuesto de benzofenona que absorbe los UV y un grupo epoxi, que se prepolimeriza por medio de un compuesto de quelato de aluminio.

35 El documento US 4.373.061 se refiere a composiciones de recubrimiento protector mejoradas, en particular a una composición de recubrimiento de resina de silicio adaptada para la adhesión sin imprimación a sustratos plásticos. Según este documento el curado de la composición del recubrimiento puede mejorarse añadiendo un catalizador.

40 Mientras la técnica anterior descrita justo anteriormente produce de hecho recubrimientos que absorben los UV satisfactorios, aún son deseables mejoras adicionales. Por ejemplo, sería muy deseable que el compuesto que absorbe los UV (por ejemplo, tetrahidroxibenzofenona) se uniese químicamente a las fracciones de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano reticuladas para proporcionar recubrimientos más duraderos y resistentes a la lixiviación con capacidades de absorción de los UV. Además, sería deseable efectuar la reticulación de las fracciones de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano a temperaturas inferiores a aproximadamente 200°C de manera que pudieran aumentarse las velocidades de la línea de producción mejorando así la productividad. Asimismo, la reducción de las temperaturas en la línea de producción reducirá el desgaste y la rotura de los componentes de la línea de producción resultando en una vida del componente más larga. Finalmente, las reducciones de la temperatura y la prepolimerización reducirán las cantidades de pérdida de 3-glicidoxipropil trimetoxisilano como volátiles durante el proceso de fabricación del recubrimiento haciendo éste un proceso menos contaminante y menos costoso. Es al cumplimiento de estos objetos deseables que se dirige la presente invención.

45 En términos generales, la presente invención se refiere a procedimientos para formar recubrimientos transparentes que absorban los UV y sustratos transparentes recubiertos con los mismos que permitan unas reacciones de reticulación a una temperatura relativamente menor entre un compuesto que absorbe los UV y un epoxi alcoxisilano.

50 La invención es un procedimiento para formar un recubrimiento absorbente del ultravioleta (UV) sobre un sustrato transparente que comprende las etapas de:

(a) formar una mezcla compuesta por un compuesto que absorbe los UV que es una *benzofenona*, un epoxi alcoxisilano y un catalizador orgánico que consiste en una amina terciaria;

(b) prepolimerizar la mezcla de la etapa (a) por calentamiento en presencia del catalizador orgánico que consiste en una amina terciaria para unir químicamente el epoxi alcoxisilano y la benzofenona, en la que la prepolimerización implica una polimerización por apertura del anillo del grupo epoxi del epoxi alcoxisilano;

(c) hidrolizar la mezcla prepolimerizada en una solución alcohólica ácida; y después

5 (d) recubrir una capa de la mezcla prepolimerizada hidrolizada sobre la superficie de un sustrato transparente y curar la capa de recubrimiento a una temperatura elevada inferior a 200°C y durante un tiempo suficiente para reticular el epoxi alcoxisilano.

10 Más específicamente, en las formas especialmente preferentes de la invención, los recubrimientos que absorben los UV en sustratos transparentes se forman por prepolimerización de una mezcla que consiste básicamente en una hidroxibenzofenona, un epoxialcoxisilano y un catalizador orgánico a una temperatura elevada de entre aproximadamente 40°C hasta aproximadamente 130°C y durante un tiempo suficiente de manera que entre aproximadamente el 30 hasta aproximadamente el 70% de las fracciones de epoxialcoxisilano formen polímeros y oligómeros de anillo abierto con grados de polimerización de entre aproximadamente 2 hasta aproximadamente 2000, y más preferentemente entre aproximadamente 2 hasta 200. A continuación tal mezcla prepolimerizada puede ser recubierta sobre la superficie de un sustrato transparente.

15 Más preferentemente, la mezcla prepolimerizada se hidroliza antes de ser recubierta sobre el sustrato en una solución ácida alcohólica.

20 Es preferible para su uso en la presente invención como compuesto que absorbe los UV la tetrahidroxibenzofenona. El epoxialcoxisilano preferente es 3-glicidoxipropil trimetoxisilano (a veces denominado en lo sucesivo más simplemente como "glymo"). Es especialmente preferible que la prepolimerización se efectúe en presencia de una amina terciaria como la trietilamina (TEA) como catalizador orgánico que es sólo uno de los muchos catalizadores de aminas posibles que un experto en la materia reconocerá. Además, también es posible utilizar un alcóxido básico, ROM donde M es un metal alcalino o un metal alcalinotérreo y RO es cualquier orgánico soluble adecuado que reaccione con el anillo epoxi de glymo o con el grupo RSi(OR)_3 . Asimismo, es posible utilizar especies como R_4NOH y R_4POH como catalizadores para la polimerización u oligomerización por apertura del anillo del grupo epoxi en glymo.

25 Estos y otros aspectos y ventajas se pondrán de manifiesto tras un estudio metódico de la siguiente descripción detallada de las formas de realización de ejemplo preferentes de las mismas.

35 **BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS ADJUNTOS**

A continuación se hará referencia a los dibujos adjuntos, en los que números de referencia iguales a lo largo de las diferentes FIGURAS indican elementos estructurales iguales, y en los que;

40 La FIGURA 1 es una representación gráfica de la absorbancia frente a la longitud de onda para los polímeros que absorben los UV sometidos a ensayo según el Ejemplo 2 más adelante; y

La FIGURA 2 es una representación gráfica del porcentaje de la transmisión UV (T_{UV}) frente al espesor de los recubrimientos.

45 **DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

Los recubrimientos de la presente invención comprenderán necesariamente el producto de reacción de un compuesto que absorbe los UV y un alcoxisilano, que contiene una fracción epóxido.

50 El compuesto que absorbe los UV es una benzofenona. Benzofenonas adecuadas incluyen, por ejemplo, tetrahidroxibenzofenonas, trihidroxibenzofenonas, dihidroxibenzofenonas o hidroxibenzofenonas. Lo más preferible es la tetrahidroxibenzofenona (en lo sucesivo "D50").

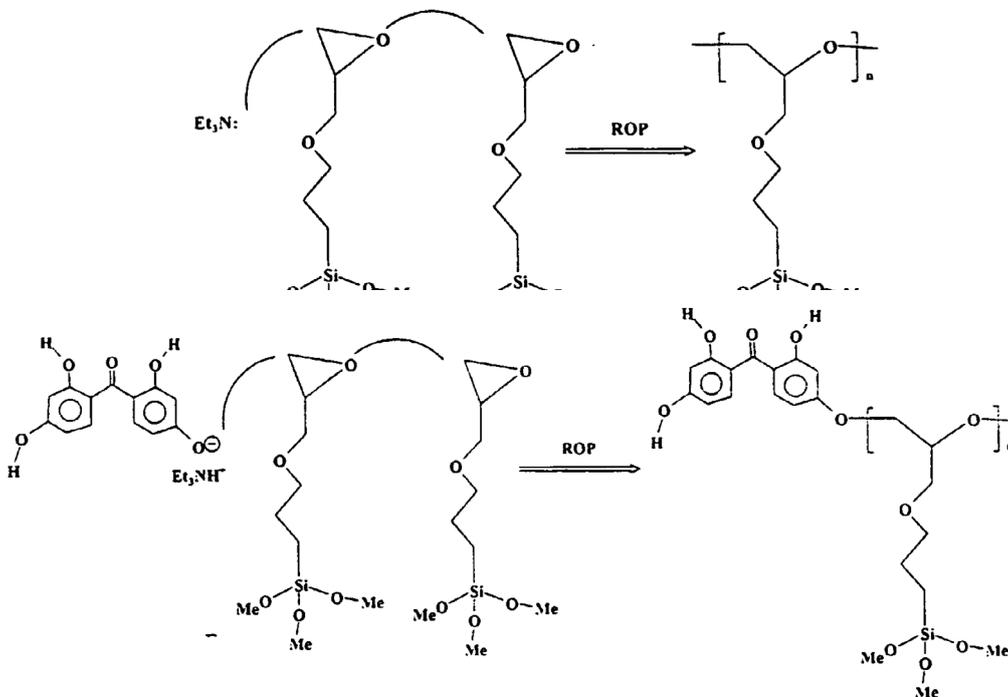
55 Alcoxisilanos adecuados que contienen una fracción epóxido (en lo sucesivo denominados "epoxialcoxisilanos") incluyen ciclohexilepoxi, ciclohexilepoxietil, ciclopentilepoxi, epoxihexil trimetoxi silanos, epoxihexil trietoxisilanos, glicidilmetildimetoxisilano y 3-glicidoxipropil trimetoxisilano. Más preferentemente, el epoxialcoxisilano es 3-glicidoxipropil trimetoxisilano.

60 La relación molar del epoxialcoxisilano respecto a la benzofenona puede ser entre aproximadamente 1:1 hasta aproximadamente 6:1, y preferentemente entre aproximadamente 2,5:1 hasta aproximadamente 4,5:1.

65 Según la presente invención, el epoxialcoxisilano y la benzofenona se mezclan en presencia de una cantidad catalíticamente eficaz de entre aproximadamente un 0,01 % molar hasta aproximadamente un 10,0 % molar (preferentemente entre aproximadamente un 0,10 % molar hasta aproximadamente un 0,50 % molar) del catalizador de polimerización por apertura del anillo (ROP). Catalizadores ROP preferentes incluyen aminas terciarias como la

trietilamina (TEA), que es sólo uno de los muchos catalizadores de aminas posibles que un experto en la materia reconocerá. Además, también es posible utilizar un alcóxido básico ROM donde M es un metal alcalino o un metal alcalinotérreo y RO es cualquier anión orgánico soluble adecuado que reaccione con el anillo epoxi de glymo. Asimismo, es posible utilizar especies como R'_4NOH y R'_4POH como catalizadores para la polimerización u oligomerización por apertura del anillo del grupo epoxi en glymo, donde R' es hidrógeno o un radical orgánico sin sitios de reticulación, como los radicales alifáticos (por ejemplo, metilo, etilo, propilo, butilo y similares). TEA es el catalizador más preferente cuando se emplea D50 como la benzofenona y se emplea glymo como el epoxialcoxisilano.

A continuación la mezcla de epoxialcoxisilano, benzofenona y catalizador se somete a una etapa de prepolimerización para unir químicamente el epoxialcoxisilano y la benzofenona. Concretamente, la prepolimerización se logra calentando la mezcla a una temperatura de entre aproximadamente 40°C hasta aproximadamente 130°C (más preferentemente entre aproximadamente 70°C hasta aproximadamente 100°C) durante un tiempo suficiente para iniciar la polimerización por apertura del anillo (ROP) del epoxialcoxisilano. Preferentemente, la mezcla se mantiene a la temperatura elevada durante un tiempo suficiente para lograr entre aproximadamente un 30 hasta aproximadamente un 70% de conversión del epoxialcoxisilano para formar un producto polimérico u oligomérico de anillo abierto como se ha sugerido por los dos tipos de reacciones mostradas en las fórmulas de reacción representativas no limitativas a continuación.



Preferentemente, la mezcla se mantiene a tal temperatura elevada durante entre 1 y 10 horas, y habitualmente entre 2 a 6 horas. Cuando la mezcla consiste básicamente en D50, glymo y TEA, la etapa de prepolimerización se logra más preferentemente a una temperatura de entre aproximadamente 80°C hasta 90°C durante aproximadamente 2 a 6 horas. La polimerización por apertura del anillo del epoxialcoxisilano con el catalizador anteriormente mencionado, con o sin la presencia de benzofenona, puede darse también generando un recubrimiento hidrófilo de tipo óxido de polietileno.

A continuación el epoxi-alcoxisilano se hidroliza formando una solución alcohólica, por ejemplo etanol, n-propanol, n-butanol, isopropanol, isobutanol o mezclas de los mismos, de la mezcla prepolimerizada en presencia de un ácido (por ejemplo, ácido acético) a temperaturas de hidrólisis de entre aproximadamente 0°C hasta aproximadamente 60°C durante un tiempo entre aproximadamente 4 hasta aproximadamente 48 horas suficiente para efectuar por lo menos aproximadamente un 20 hasta aproximadamente un 90% de hidrólisis del epoxi alcoxisilano.

Una solución de sílice predispersada puede añadirse a la mezcla hidrolizada antes de la aplicación sobre un sustrato. Además o de manera alternativa, la solución de sílice predispersada puede añadirse a la mezcla antes de la hidrólisis, por ejemplo, antes o después de la etapa de prepolimerización.

A continuación la mezcla hidrolizada puede ser recubierta sobre la superficie de un sustrato transparente (por ejemplo, vidrio) y sometida a las condiciones de curado finales. En este sentido, el recubrimiento de la mezcla hidrolizada puede lograrse mediante cualquier técnica de recubrimiento convencional, incluyendo el recubrimiento por cortina, recubrimiento por menisco, recubrimiento por giro, recubrimiento por rodillos, rociado, fulardado o similares. Las condiciones de curado finales en la superficie del sustrato son para causar la reticulación de la funcionalidad alcoxilano total o parcialmente hidrolizada y serán más preferentemente a una temperatura inferior a 200°C, por ejemplo, entre aproximadamente 130°C hasta aproximadamente 200°C, o entre aproximadamente 150°C hasta aproximadamente 200°C. Por lo general es preferible una temperatura de curado inferior, ya que permite una producción más rápida de recubrimientos relativamente más gruesos. En este sentido, el espesor de los recubrimientos de la presente invención suele estar entre aproximadamente 0,5 µm hasta aproximadamente 5,0 µm.

Los recubrimientos de la presente invención son suficientes para obtener una absorción de UV pico de entre aproximadamente 330 nm hasta aproximadamente 380 nm.

La presente invención se entenderá además a partir de los siguientes Ejemplos no limitativos.

Ejemplo de referencia 1: A un matraz de fondo redondo de 150 ml equipado con un condensador y bajo N₂ se añadió tetrahidrobenzofenona (D50) en una cantidad de 9 g (36 mmoles) y 3-glicidoxipropil trimetoxisilano (glymo) en una cantidad de 17,1 g (72 mmoles) para proporcionar una relación molar de 1:2 de D50 respecto a glymo. Se calentó la mezcla a 80°C con agitación. El D50 no se disolvió en el glymo a esta temperatura. La trietilamina (TEA) (0,1 moles vs. D50) se añadió mediante una jeringa. El D50 se disolvió lentamente (reaccionó) con el glymo y la solución se hizo transparente. La viscosidad de la solución transparente aumentó con el tiempo. Después de 3 horas, se dejó enfriar la solución a temperatura ambiente. La solución viscosa resultante se disolvió después en 30 ml n-propanol.

Ejemplo de referencia 2: Se repitió el Ejemplo 1 para obtener varias muestras adicionales utilizando las relaciones molares de D50 y glymo y los tiempos de reacción. Las muestras hechas según el Ejemplo 1 y según este Ejemplo 2 se identifican en la Tabla 1 a continuación como los números de muestra E1-E7, respectivamente.

Tabla 1

Nº	Relación molar de D50 respecto a Glymo	Catalizador (Et ₃ N) (moles vs. D50)	Temp. de reacción (°C)	Tiempo de reacción (hr)
E1	1:2	0,1 moles vs. D50	80	3
E2	1:1	"	"	1,5
E3	1:2	"	"	2
E4	1:3	"	"	3
E5	1:4	"	"	5
E6	1:5	"	"	5
E7	1:6	"	"	5

Las muestras E2-E7 obtenidas de este Ejemplo 2 se sometieron a ensayo para las características de absorción de los UV. Los datos de absorción de los UV aparecen en la FIGURA 1.

Ejemplo de referencia 3: A un matraz de fondo redondo de 250 ml equipado con un condensador y bajo N₂ se añadieron D50, glymo y un disolvente n-propanol (n-PrOH) en las cantidades indicados más adelante en la Tabla 2 para producir las muestras E1-S a E8-S. La mezcla de reacción se calentó a 90°C con agitación. El D50 se disolvió lentamente en el glymo y la solución se hizo transparente. La trietilamina (TEA) (0,1 moles vs. D50) se añadió mediante una jeringa después de la disolución completa. La viscosidad de la solución transparente aumentó con el tiempo. Tras un tiempo de reacción seleccionado, se dejó enfriar el producto de reacción a temperatura ambiente. Se añadió un total de 40 ml de n-PrOH al producto de reacción resultante, y la solución se transfirió del matraz de reacción a una botella de polipropileno. Se añadió n-PrOH adicional y el proceso de transferencia se repitió hasta utilizar un total de 150 ml.

Tabla 2

	Relación Molar de D50 respecto a Glymo	Disolvente (n-PrOH)	Catalizador (Et ₃ N) (moles vs. D50)	Temp. de Reacción (°C)	Tiempo de Reacción (hr)	Rendimiento (%)		
						7,31 ppm	6,42 ppm	Media
E1-S	1:1	5 ml	0,1	90	6	-	46	46
E2-S	1:1,5	5,0	"	"	6	-	54	54
E3-S	1:2	5,0	"	"	10	-	75	75
E4-S	1:2	5,0	"	"	10	-	-	-

E5-S	1:3	5,0	"	"	10	68,5	89	79
E6-S	1:4	10,0	"	"	12	-	-	-
E7-S	1:5	10,0	"	"	12	-	-	-
E8-S	1:6	10,0	"	"	12	-	-	-
Rendimiento por NMR=proporción de integración a 7,31 ppm (pico nuevo)/proporción de integración total (7,25 + 7,31 ppm) por 100. ³ rendimiento= proporción de integración a 6,42 ppm (pico nuevo)/proporción de integración total (6,42 + 6,25 ppm) por 100								

5 **Ejemplo de referencia 4:** Se prepararon muestras similares a la E6 en la Tabla 1 anterior y se recubrieron sobre sustratos de vidrio y se curaron a temperaturas de 130°C, 150°C, 180°C y 220°C. A continuación los recubrimientos se sometieron a ensayo según los siguientes ensayos.

Ensayo de amarillez (b*): El valor b* se midió en un espectrómetro Perkin Elmer Lamda 45 después de ser expuesto a una atmósfera húmeda a 60°C dentro de una cámara de humedad durante 72 horas.

10 Ensayo de dureza lápiz: Se utilizó un medidor de dureza lápiz de Micro-Metrics Company con un conjunto de minas de dibujo de HB a 8H. Empezando por la mina más suave HB (número 1), se movió cada mina a través de la superficie de la muestra en un ángulo de aproximadamente 45°. El número de la mina, que rayó la película en la superficie de la muestra, fue registrada como el número de dureza de lápiz.

15 Ensayo con cinta adhesiva: Se pegó cinta adhesiva de la marca comercial Scotch a las superficies de las muestras y a continuación se retiró y se inspeccionó visualmente la superficie en busca de defectos en la película. La no eliminación de la película de la superficie de la muestra constituyó el paso del ensayo.

20 Ensayo del limpiador Windex®: Se sumergieron las muestras en limpiador Windex® y se dejaron remojar durante 2 horas. Las muestras se secaron y se limpiaron con un paño. Cualquier eliminación de la película después de pasar el paño constituyó el fracaso del ensayo. Las muestras también se midieron en un espectrómetro Perkin Elmer Lamda 45 antes y después de ser remojadas en limpiador Windex® para determinar la decoloración ΔE.

25 Los resultados de tales ensayos aparecen en la Tabla 3 a continuación.

Tabla 3

<u>Muestra</u>	<u>b*</u>	<u>Dureza lápiz</u>	<u>Cinta adhesiva</u>	<u>Ensayo de limpieza con limpiador Windex®</u>	<u>ΔE-remojo en limpiador Windex®</u>
E6-130	2,1	3	Pasa	Pasa	1,2
E6-150	2,2	3	"	"	1,1
E6-180	1,0	6	"	"	0,5
E6-220	0,3	6	"	"	0,1

Nota: Todas las muestras se cubrieron con manchas de tipo gel

30 Los datos de la Tabla 3 mostraron que todas las muestras curadas hasta una temperatura final de 180°C ó 220°C pasaron todos los ensayos incluyendo la dureza lápiz y tuvieron buenos valores de b*. Todas las muestras pasaron los ensayos de remojo y limpieza con limpiador Windex® teniendo las muestras de 130°C y 150°C valores de b* relativamente altos.

35 También se analizaron los recubrimientos de la Tabla 3 para el porcentaje de transmisión de UV (T_{UV}, %) frente al espesor del recubrimiento. Los datos se representan gráficamente en la FIGURA 2 en comparación unos con otros y con el recubrimiento UV ART-GUARD™ convencional de Guardian Industries, Inc. ("AGuv") que tiene un curado final de 220°C. Como puede verse, todos los recubrimientos de temperatura inferior tienen unas características de transmisión UV aceptables (es decir, T_{UV} es inferior a aproximadamente el 2%) dependiendo del espesor del recubrimiento. Sin embargo la muestra E6-220°C no pasó.

40

REIVINDICACIONES

- 5
1. Un procedimiento para formar un recubrimiento que absorbe los ultravioleta (UV) sobre un sustrato transparente que comprende las etapas de:
- 10
- (a) formar una mezcla compuesta por un compuesto que absorbe los UV que es una *benzofenona*, un epoxi alcoxisilano y un catalizador orgánico que consiste en una amina terciaria;
- (b) prepolimerizar la mezcla de la etapa (a) por calentamiento en presencia del catalizador orgánico *que consiste en una amina terciaria* para unir químicamente el epoxi alcoxisilano y la benzofenona, en el que la prepolimerización implica una polimerización por apertura del anillo del grupo epoxi del epoxi alcoxisilano;
- 15
- (c) hidrolizar la mezcla prepolimerizada en una solución alcohólica ácida; y después
- (d) recubrir una capa de la mezcla prepolimerizada hidrolizada sobre la superficie de un sustrato transparente y curar la capa de recubrimiento a una temperatura elevada inferior a 200°C y durante un tiempo suficiente para reticular el epoxi alcoxisilano.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el compuesto que absorbe los UV es una hidroxibenzofenona.
- 20
3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la hidroxibenzofenona es por lo menos una seleccionada de entre el grupo que consiste en trihidroxibenzofenonas, dihidroxibenzofenonas, hidroxibenzofenonas y tetrahidroxibenzofenonas.
- 25
4. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el epoxi alcoxisilano es por lo menos uno seleccionado de entre el grupo que consiste en ciclohexilepoxi, ciclohexilepoxietil, ciclopentilepoxi, epoxihexil trimetoxi silanos, epoxihexil trietoxisilanos, glicidilmeteildimetoxisilano y 3-glicidoxipropil trimetoxisilano.
- 30
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la benzofenona es tetrahidroxibenzofenona, y el epoxi alcoxisilano es 3-glicidoxipropil trimetoxisilano, y en el que la etapa (b) se pone en práctica prepolimerizando la mezcla de los mismos en presencia de un catalizador a una temperatura desde 40°C hasta 130°C.
- 35
6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que el catalizador de amina terciaria comprende tributilamina o trietilamina.
7. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que la etapa (b) se pone en práctica manteniendo la mezcla a la temperatura elevada durante 2 a 10 horas.
- 40
8. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa (c) se pone en práctica hidrolizando la mezcla prepolimerizada en presencia de un disolvente.
- 45
9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que el disolvente es n-propanol o etilenglicol.
10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa (c) comprende hidrolizar la fracción silano añadiendo entre 0,5 y 5,0 equivalentes de agua y un catalizador ácido o básico para efectuar por lo menos un 20% de hidrólisis de los grupos alcoxi.
11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa (b) se pone en práctica a una temperatura y durante un tiempo suficiente de manera que entre el 30 y el 70% de las fracciones epoxi alcoxisilano esté en un estado de anillo abierto.

Fig. 1

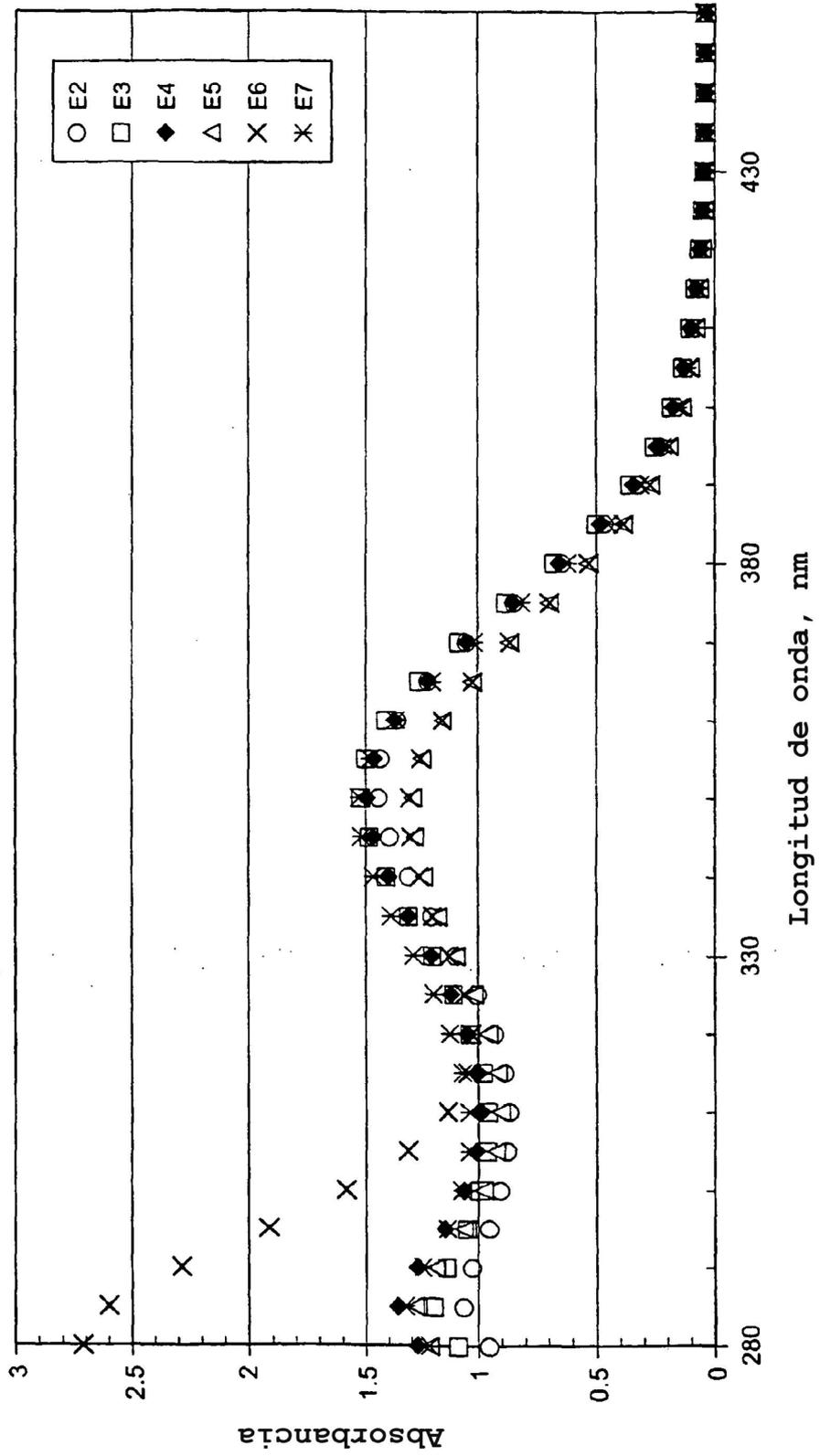


Fig. 2

