

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 919 473**

51 Int. Cl.:

C03C 17/30 (2006.01)

C03C 17/00 (2006.01)

C03C 17/04 (2006.01)

C03C 17/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.06.2019 E 19179152 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.05.2022 EP 3578527**

54 Título: **Artículo de vidrio recubierto que contiene una red semi-interpenetrada**

30 Prioridad:

08.06.2018 US 201862682500 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.07.2022

73 Titular/es:

**GUARDIAN GLASS, LLC (100.0%)
2300 Harmon Road
Auburn Hills MI 48326, US**

72 Inventor/es:

**LIANG, LIANG y
DEVISETTI, SURESH**

74 Agente/Representante:

MARTÍN DE LA CUESTA, Alicia María

ES 2 919 473 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

Artículo de vidrio recubierto que contiene una red semi-interpenetrada

5 **Referencia cruzada a solicitud relacionada**

La presente solicitud reivindica el beneficio de presentación de la solicitud de patente provisional estadounidense con n.º de serie 62/682,500 que tiene la fecha de presentación del 8 de junio de 2018.

10 **Antecedentes**

El vidrio decorativo es cada vez más popular en aplicaciones residenciales, comerciales e interiores. Por ejemplo, el vidrio decorativo a menudo se forma mediante un procedimiento que consiste en recubrir un sustrato de vidrio con una capa de pintura de base orgánica y luego curar la capa de pintura en un horno. Sin embargo, muchas pinturas convencionales de base orgánica son sensibles a los materiales corrosivos (por ejemplo, ácidos) y presentan propiedades mecánicas y adhesivas inferiores a las deseadas. Como tal, continúa existiendo la necesidad de artículos de vidrio decorativos mejorados que sean capaces de presentar propiedades mejoradas.

20 **Sumario**

Aunque la invención se define en la reivindicación independiente, aspectos adicionales de la invención se exponen en las reivindicaciones dependientes, los dibujos y la siguiente descripción.

En general, en una realización de la presente divulgación, se da a conocer un método de formación de un sustrato de vidrio recubierto. El método comprende lo siguiente: proporcionar una formulación de recubrimiento sobre un sustrato de vidrio, en el que la formulación de recubrimiento comprende al menos un compuesto polimerizable, una frita de vidrio y un polímero no reticulado y calentar la formulación de recubrimiento sobre el sustrato de vidrio.

Según con otra realización de la presente divulgación, se da a conocer un sustrato de vidrio recubierto. El sustrato de vidrio recubierto comprende un recubrimiento proporcionado sobre una superficie de un sustrato de vidrio, en el que el recubrimiento comprende una red semi-interpenetrada polimérica que incluye un polímero no reticulado y una frita de vidrio. El recubrimiento presenta una tracción de perno de aproximadamente 275 psi o más.

35 **Descripción detallada****Definiciones**

Debe entenderse que la terminología usada en el presente documento tiene el propósito de describir realizaciones particulares únicamente y no se pretende que limite el alcance de la presente invención.

“Alquilo” se refiere a un grupo hidrocarbilo alifático saturado monovalente, tal como aquellos que tienen desde 1 hasta 25 átomos de carbono y, en algunas realizaciones, desde 1 hasta 12 átomos de carbono. “alquilo C_x-y” se refiere a grupos alquilo que tienen desde x hasta y átomos de carbono. Este término incluye, a modo de ejemplo, grupos hidrocarbilo lineales y ramificados tales como metilo (CH₃), etilo (CH₃CH₂), n-propilo (CH₃CH₂CH₂), isopropilo ((CH₃)₂CH), n-butilo (CH₃CH₂CH₂CH₂), isobutilo ((CH₃)₂CHCH₂), sec-butilo ((CH₃)(CH₃CH₂)CH), t-butilo ((CH₃)₃C), n-pentilo (CH₃CH₂CH₂CH₂CH₂), neopentilo ((CH₃)₃CCH₂), hexilo (CH₃(CH₂CH₂CH₂)₅), etc.

“Alqueno” se refiere a un grupo hidrocarbilo lineal o ramificado, tal como aquellos que tienen desde 2 hasta 10 átomos de carbono y, en algunas realizaciones, desde 2 hasta 6 átomos de carbono o desde 2 hasta 4 átomos de carbono, y que tienen al menos 1 sitio de insaturación de vinilo (>C=C<). Por ejemplo, alqueno (C_x-C_y) se refiere a grupos alqueno que tienen desde x hasta y átomos de carbono y se pretende que incluya, por ejemplo, etenilo, propenilo, 1,3-butadienilo, etc.

“Ariilo” se refiere a un grupo aromático, que puede tener desde 3 hasta 14 átomos de carbono y ningún heteroátomo en el anillo y que tiene un sólo anillo (por ejemplo, fenilo) o múltiples anillos condensados (por ejemplo, naftilo o antrilo). Para sistemas de anillos múltiples, incluyendo los sistemas de anillos condensados, en puente y espiro que tienen anillos aromáticos y no aromáticos que no tienen heteroátomos en el anillo, el término “ariilo” se aplica cuando el punto de unión está en un átomo de carbono aromático (por ejemplo, 5,6,7,8-tetrahidronaftalen-5-ilo es un grupo ariilo ya que su punto de unión está en la posición 2 del anillo de fenilo aromático).

“Cicloalquilo” se refiere a un grupo cíclico saturado o parcialmente saturado, que puede tener desde 3 hasta 14 átomos de carbono y ningún heteroátomo en el anillo y que tiene un sólo anillo o anillos múltiples que incluyen sistemas de anillos condensados, en puente y espiro. Para sistemas de anillos múltiples que tienen anillos aromáticos y no aromáticos que no tienen heteroátomos en el anillo, el término “cicloalquilo” se aplica cuando el punto de unión está en un átomo de carbono no aromático (por ejemplo, 5,6,7,8-tetrahidronaftalen-5-ilo). El término “cicloalquilo” incluye grupos cicloalqueno, tales como adamantilo, ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclooctilo y

ciclohexenilo. El término "cicloalqueno" se emplea a veces para referirse a un anillo de cicloalquilo parcialmente saturado que tiene al menos un sitio de insaturación del anillo $>C=C<$.

"Halo" o "halógeno" se refiere a flúor, cloro, bromo y yodo.

"Haloalquilo" se refiere a la sustitución de un grupo alquilo con de 1 a 5, o en algunas realizaciones, desde 1 hasta 3 grupos halo.

"Heteroarilo" se refiere a un grupo aromático, que puede tener desde 1 hasta 14 átomos de carbono y desde 1 hasta 6 heteroátomos seleccionados de oxígeno, nitrógeno y azufre e incluye sistemas de un sólo anillo (por ejemplo, imidazolilo) y de anillos múltiples (por ejemplo, bencimidazol-2-ilo y bencimidazol-6-ilo). Para los sistemas de anillos múltiples, incluyendo los sistemas de anillos condensados, en puente y espiro que tienen anillos aromáticos y no aromáticos, el término "heteroarilo" se aplica si hay al menos un heteroátomo en el anillo y el punto de unión está en un átomo de un anillo aromático (por ejemplo, 1,2,3,4-tetrahidroquinolin-6-ilo y 5,6,7,8-tetrahidroquinolin-3-ilo). En algunas realizaciones, el/los átomo(s) de nitrógeno y/o azufre del anillo del grupo heteroarilo se oxidan opcionalmente para proporcionar los restos N-óxido ($N \rightarrow O$), sulfinilo o sulfonilo. Los ejemplos de grupos heteroarilo incluyen, pero no se limitan a, piridilo, furanilo, tienilo, tiazolilo, isotiazolilo, triazolilo, imidazolilo, imidazolinilo, isoxazolilo, pirrolilo, pirazolilo, piridazinilo, pirimidinilo, purinilo, ftalazilo, naftilpiridilo, benzofuranilo, tetrahidrobenzofuranilo, isobenzofuranilo, benzotiazolilo, benzoisotiazolilo, benzotriazolilo, indolilo, isoindolilo, indolizínilo, dihidroindolilo, indazolilo, indolinilo, benzoxazolilo, quinolilo, isoquinolilo, quinolizilo, quianazolilo, quinoxalilo, tetrahidroquinolinilo, isoquinolinilo, quinazolinonilo, bencimidazolilo, bencisoxazolilo, benzotienilo, benzopiridazinilo, pteridinilo, carbazolilo, carbolinilo, fenantridinilo, acridinilo, fenantrolinilo, fenazínilo, fenoxazinilo, fenotiazínilo y ftalimidilo.

"Heterocíclico" o "heterociclo" o "heterocicloalquilo" o "heterociclilo" se refiere a un grupo cíclico saturado o parcialmente saturado, que puede tener desde 1 hasta 14 átomos de carbono y desde 1 hasta 6 heteroátomos seleccionados de nitrógeno, azufre u oxígeno e incluye sistemas de un sólo anillo y de múltiples anillos, incluyendo los sistemas de anillos condensados, en puente y espiro. Para sistemas de anillos múltiples que tienen anillos aromáticos y/o no aromáticos, los términos "heterocíclico", "heterociclo", "heterocicloalquilo" o "heterociclilo" se aplican cuando hay al menos un heteroátomo en el anillo y el punto de unión está en un átomo de un anillo no aromático (por ejemplo, decahidroquinolin-6-ilo). En algunas realizaciones, el/los átomo(s) de nitrógeno y/o azufre del grupo heterocíclico se oxidan opcionalmente para proporcionar los restos de N-óxido, sulfinilo y sulfonilo. Los ejemplos de grupos heterociclilo incluyen, pero no se limitan a, azetidínilo, tetrahidropirranilo, piperidinilo, N-metilpiperidin-3-ilo, piperazinilo, N-metilpirrolidin-3-ilo, 3-pirrolidinilo, 2-pirrolidon-1-ilo, morfolinilo, tiomorfolinilo, imidazolidínilo y pirrolidinilo.

Debe entenderse que las definiciones mencionadas anteriormente abarcan grupos no sustituidos, así como grupos sustituidos con uno o más de otros grupos tal como se conoce en la técnica. Por ejemplo, un grupo alquilo, alqueno, alquínilo, arilo, heteroarilo, cicloalquilo o heterociclilo puede estar sustituido con desde 1 hasta 8, en algunas realizaciones desde 1 hasta 5, en algunas realizaciones desde 1 hasta 3, y en algunas realizaciones desde 1 hasta 2 sustituyentes seleccionados de alquilo, alqueno, alquínilo, alcoxilo, acilo, acilamino, aciloxilo, amino, amino cuaternario, amida, imino, amidino, aminocarbonilamino, amidinocarbonilamino, aminotiocarbonilo, aminocarbonilamino, aminotiocarbonilamino, aminocarboniloxilo, aminosulfonilo, aminosulfoniloxilo, aminosulfonilamino, arilo, ariloxilo, ariltio, azido, carboxilo, éster carboxílico, (éster carboxílico)amino, (éster carboxílico)oxi, ciano, cicloalquilo, cicloalquilo, cicloalquiltio, epoxi, guanidino, halo, haloalquilo, haloalcoxilo, hidroxilo, hidroxiamino, alcoxiamino, hidrazino, heteroarilo, heteroariloxilo, heteroariltio, heterociclilo, heterocicliloxilo, heterociclitio, nitro, oxo, oxi, tiona, fosfato, fosfonato, fosfinato, fosfonamido, fosforodiamido, monoéster de fosforamido, fosforamido cíclico, fosforodiamido cíclico, diéster de fosforamido, sulfato, sulfonato, sulfonilo, sulfonilo sustituido, sulfoniloxilo, tioacilo, tiocianato, tiol, alquiltio, etc., así como combinaciones de tales sustituyentes.

Descripción detallada

Ahora se hará referencia en detalle a las realizaciones, uno o más ejemplos de las cuales se ilustran en los dibujos. Cada ejemplo se proporciona a modo de explicación de las realizaciones.

En términos generales, la presente invención se refiere a un artículo que contiene un sustrato de vidrio y un recubrimiento proporcionado sobre una superficie del sustrato. El recubrimiento incluye una red interpenetrada polimérica con un polímero no reticulado y una fritada de vidrio. Los presentes inventores han descubierto que mediante la incorporación de una red interpenetrada polimérica con un polímero no reticulado y una fritada de vidrio, las propiedades mecánicas del vidrio tal como se recubre pueden mejorarse en comparación con un recubrimiento que contiene solamente el polímero no reticulado y la fritada de vidrio sin una red interpenetrada polimérica.

En particular, los presentes inventores han descubierto que puede mejorarse la fuerza adhesiva evaluada mediante la tracción de perno. Por ejemplo, la tracción de perno puede ser de 275 psi o más, tales como aproximadamente 300 psi o más, tales como aproximadamente 400 psi o más, tales como aproximadamente 500 psi o más, tales

como aproximadamente 750 psi o más, tales como aproximadamente 1.000 psi o más. La tracción de perno puede ser de 2.000 psi o menos, tales como aproximadamente 1.750 psi o menos, tales como aproximadamente 1.500 psi o menos, tales como aproximadamente 1.250 psi o menos, tales como aproximadamente 1.000 psi o menos, tales como aproximadamente 900 psi o menos, tales como aproximadamente 750 psi o menos, tales como aproximadamente 600 psi o menos.

Además, los presentes inventores también han descubierto que también puede mejorarse la resistencia química tal como se evalúa mediante la prueba de fricción con MEK. Por ejemplo, según la norma ASTM D5402-15, el sustrato de vidrio recubierto puede presentar una resistencia a la fricción con MEK de 100 o más, tales como 200 o más, tales como 300 o más, tales como 400 o más, tales como 500 o más.

Además de lo anterior, el sustrato de vidrio recubierto también puede presentar otras propiedades beneficiosas. Por ejemplo, el sustrato de vidrio recubierto puede tener una adhesión de trama cruzada, que proporciona una evaluación de la adhesión del recubrimiento al sustrato aplicando y retirando cinta sensible a la presión sobre los cortes hechos en el recubrimiento tal como se determina según la norma ASTM D3359-09, de 3B o mayor, tal como 4B o mayor, tal como 5B. El recubrimiento puede tener una dureza Hoffman mayor de 5, tal como aproximadamente 7 o mayor, tal como aproximadamente 10 o mayor, tal como aproximadamente 11 o mayor, tal como aproximadamente 12 o mayor, tal como aproximadamente 15 o mayor, tal como de aproximadamente 20 o mayor a aproximadamente 40 o menos, tal como aproximadamente 30 o menos, tal como aproximadamente 25 o menos, tal como tal como *[SIC]* aproximadamente 18 o menos, tal como aproximadamente 15 o menos, según se determina usando un durómetro de Hoffman según la norma GE E50TF61.

Después de ser expuesto a una pulverización de sal y ácido acético acelerada con cobre ("CASS") según la norma ASTM B368-09 (2014), el recubrimiento puede presentar un cambio de color mínimo. El cambio de color puede caracterizarse por el valor ΔE o ΔC , que son conocidos en la técnica y se describen con más detalle a continuación. Más particularmente, el valor ΔE del recubrimiento puede ser de aproximadamente 5 o menos, tal como aproximadamente 4 o menos, tal como aproximadamente 3 o menos, tal como aproximadamente 2 o menos, tal como aproximadamente 1,5 o menos, tal como aproximadamente 1 o menos, tal como de aproximadamente 0,5 o menos a aproximadamente 0,01 o más, tal como aproximadamente 0,1 o más, tal como aproximadamente 0,2 o más, tal como aproximadamente 0,5 o más. Además, el valor ΔC del recubrimiento puede ser de aproximadamente 2 o menos, tal como aproximadamente 1,5 o menos, tal como aproximadamente 1 o menos, tal como de aproximadamente 0,5 o menos a aproximadamente 0,01 o más, tal como aproximadamente 0,1 o más, tal como aproximadamente 0,2 o más, tal como aproximadamente 0,5 o más. Además, el recubrimiento puede presentar cambios mínimos en la fuerza de adhesión y resistencia mecánica. Por ejemplo, el recubrimiento puede presentar una adhesión de trama cruzada tal como se determina según la norma ASTM D3359-09 de 3B o mayor, tal como 4B o mayor, tal como 5B. Además, el recubrimiento puede tener una dureza Hoffman de aproximadamente 5 o mayor, tal como aproximadamente 10 o mayor, tal como aproximadamente 12 o mayor, tal como aproximadamente 15 o mayor, tal como de aproximadamente 20 o mayor a aproximadamente 40 o menos, tal como aproximadamente 30 o menos, tal como aproximadamente 25 o menos, tal como aproximadamente 18 o menos, tal como aproximadamente 15 o menos tal como se determina usando un durómetro Hoffman según la norma GE E50TF61.

Además de la prueba CASS, las propiedades mencionadas anteriormente también pueden estar presentes después de someterse a una prueba de cámara de condensador, en la que un artículo de vidrio con un recubrimiento se coloca en una cámara a 45°C al 100% de humedad durante 21 días. Además, tales propiedades pueden estar presentes después de exponer el sustrato de vidrio recubierto a un aceite de corte durante un día. Tales propiedades también pueden estar presentes después de realizar una prueba de permanencia térmica en la que el vidrio recubierto se coloca en un horno a 60°C durante 7 días. Incluso después del templado, tales propiedades pueden estar presentes después de cualquiera o todas las siguientes pruebas: (1) colocar el artículo en una cámara a 85°C/85H durante 3 días, (2) una prueba de cámara de condensador tal como se definió anteriormente, (3) exposición a amonio al 10% durante 3 días, y/o (4) una prueba de estabilidad térmica en la que el vidrio templado se coloca en un horno a 650°C durante 16 minutos.

A continuación, se describirán diversas realizaciones de la presente invención con más detalles.

A. Sustrato

El sustrato de vidrio tiene normalmente un grosor de desde aproximadamente 0,1 hasta aproximadamente 15 milímetros, en algunas realizaciones desde aproximadamente 0,5 hasta aproximadamente 10 milímetros, y en algunas realizaciones, desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 8 milímetros. El sustrato de vidrio puede formarse mediante cualquier procedimiento adecuado, tales como mediante un procedimiento de flotación, fusión, estirado hacia abajo, estiramiento con rodillo, etc. En cualquier caso, el sustrato se forma a partir de una composición de vidrio que tiene una temperatura de transición vítrea que es normalmente de desde aproximadamente 500°C hasta aproximadamente 700°C. Por ejemplo, la composición puede contener sílice (SiO₂), uno o más óxidos de metales alcalinotérreos (por ejemplo, óxido de magnesio (MgO), óxido de calcio (CaO), óxido de bario (BaO) y óxido de estroncio (SrO)), y uno o más óxidos de metales alcalinos (por ejemplo, óxido de sodio

(Na₂O), óxido de litio (Li₂O) y óxido de potasio (K₂O)).

El SiO₂ constituye normalmente desde aproximadamente el 55% en moles hasta aproximadamente el 85% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 60% en moles hasta aproximadamente el 80% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 65% en moles hasta aproximadamente el 75% en moles de la composición. Asimismo, los óxidos de metales alcalinotérreos pueden constituir desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 25% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 10% en moles hasta aproximadamente el 20% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 12% en moles hasta aproximadamente el 18% en moles de la composición. En realizaciones particulares, el MgO puede constituir desde aproximadamente el 0,5% en moles hasta aproximadamente el 10% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 1% en moles hasta aproximadamente el 8% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 3% en moles hasta aproximadamente el 6% en moles de la composición, mientras que el CaO puede constituir desde aproximadamente el 1% en moles hasta aproximadamente el 18% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 2% en moles hasta aproximadamente el 15% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 6% en moles hasta aproximadamente el 14% en moles de la composición. Los óxidos de metales alcalinos pueden constituir desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 25% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 10% en moles hasta aproximadamente el 20% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 12% en moles hasta aproximadamente el 18% en moles de la composición. En realizaciones particulares, el Na₂O puede constituir desde aproximadamente el 1% en moles hasta aproximadamente el 20% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 18% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 8% en moles hasta aproximadamente el 15% en moles de la composición.

Por supuesto, también pueden incorporarse otros componentes en la composición de vidrio tal como es conocido por los expertos en la técnica. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, la composición puede contener óxido de aluminio (Al₂O₃). Normalmente, se emplea Al₂O₃ en una cantidad tal que la suma del porcentaje en peso de SiO₂ y Al₂O₃ no supera el 85% en moles. Por ejemplo, puede emplearse Al₂O₃ en una cantidad desde aproximadamente el 0,01% en moles hasta aproximadamente el 3% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,02% en moles hasta aproximadamente el 2,5% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,05% en moles hasta aproximadamente el 2% en moles de la composición. En otras realizaciones, la composición también puede contener óxido de hierro (Fe₂O₃), tal como en una cantidad desde aproximadamente el 0,001% en moles hasta aproximadamente el 8% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,005% en moles hasta aproximadamente el 7% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,01% en moles hasta aproximadamente el 6% en moles de la composición. Todavía otros componentes adecuados que pueden incluirse en la composición pueden incluir, por ejemplo, dióxido de titanio (TiO₂), óxido de cromo (III) (Cr₂O₃), dióxido de zirconio (ZrO₂), itria (Y₂O₃), dióxido de cesio (Cs₂O), dióxido de manganeso (MnO₂), óxido de cobalto (II, III) (Co₃O₄), metales (por ejemplo, Ni, Cr, V, Se, Au, Ag, Cd, etc.), etc.

B. Recubrimiento

Tal como se indicó anteriormente, se proporciona un recubrimiento sobre una o más superficies del sustrato. Por ejemplo, el sustrato de vidrio puede contener superficies opuestas primera y segunda y, por tanto, el recubrimiento puede proporcionarse sobre la primera superficie del sustrato, la segunda superficie del sustrato o ambas. En una realización, por ejemplo, el recubrimiento se proporciona sólo sobre la primera superficie. En tales realizaciones, la segunda superficie opuesta puede estar libre de un recubrimiento o puede contener un tipo diferente de recubrimiento. Por supuesto, en otras realizaciones, el recubrimiento de la presente invención puede estar presente tanto en la primera como en la segunda superficie del sustrato de vidrio. En tales realizaciones, la naturaleza del recubrimiento de cada superficie puede ser igual o diferente.

De manera adicional, el recubrimiento puede emplearse de modo que cubra sustancialmente (por ejemplo, el 95% o más, tal como el 99% o más) el área superficial de una superficie del sustrato de vidrio. Sin embargo, debe entenderse que el recubrimiento también puede aplicarse para cubrir menos del 95% del área superficial de una superficie del sustrato de vidrio. Por ejemplo, el recubrimiento puede aplicarse sobre el sustrato de vidrio de manera decorativa.

El recubrimiento puede contener cualquier número de materiales diferentes. Por ejemplo, el recubrimiento puede contener un aglutinante y al menos un óxido de metal que contiene óxido de zinc. Tal como se proporciona a continuación, el aglutinante puede ser uno producido a través del método sol-gel o puede incluir una red interpenetrada polimérica. Tal como también se proporciona a continuación, el óxido de zinc puede obtenerse de diferentes fuentes, tales como a través de una reacción usando otro compuesto de zinc (por ejemplo, acetato de zinc) o una fritada de vidrio.

i. Aglutinante

El recubrimiento descrito en el presente documento puede producirse usando cualquier aglutinante generalmente

conocido en la técnica. Por ejemplo, el aglutinante puede incluir una red interpenetrada polimérica de al menos dos polímeros reticulados. En general, la red interpenetrada puede incluir cualquier número de resinas. Por ejemplo, la red puede incluir al menos dos resinas poliméricas, tales como al menos tres resinas poliméricas, teniendo cada una una composición química diferente de la otra.

La red interpenetrada puede ser una red totalmente interpenetrada o una red semi-interpenetrada. En una realización, la red interpenetrada es una red totalmente interpenetrada de manera que todas las resinas de la red están reticuladas. Es decir, todas las resinas del aglutinante se reticulan para formar la red interpenetrada. A este respecto, las cadenas poliméricas de al menos una resina respectiva están entrelazadas con las cadenas poliméricas de otra resina respectiva de modo que no puedan separarse sin romper ningún enlace químico.

La red interpenetrada también puede ser una red semi-interpenetrada. En tal caso, la red contiene al [SIC] una resina cuyas cadenas poliméricas no están entrelazadas con las cadenas poliméricas de una resina reticulada, de modo que las cadenas poliméricas anteriores pueden separarse teóricamente sin romper ningún enlace químico.

Además, la red interpenetrada puede incluir una combinación de una red reticulada orgánica y una red reticulada inorgánica. Por ejemplo, al menos una de las resinas reticuladas puede formar una red reticulada orgánica mientras que al menos una de las resinas reticuladas puede formar una resina reticulada inorgánica. Por resina reticulada orgánica se entiende que el compuesto polimerizable es un compuesto a base de carbono. Mientras tanto, por resina reticulada inorgánica se entiende que el compuesto polimerizable no es un compuesto a base de carbono. Por ejemplo, el compuesto polimerizable puede ser un compuesto a base de silicio. En una realización, la red interpenetrada puede incluir al menos dos redes reticuladas orgánicas y una red reticulada inorgánica.

Tal como se describe en el presente documento, puede sintetizarse una red interpenetrada usando cualquier método conocido en la técnica. Por ejemplo, una formulación que contiene todos los compuestos polimerizables, así como cualquier otro reactante, reactivo y/o aditivo (por ejemplo, iniciadores, catalizadores, etc.), puede aplicarse a un sustrato y curarse de tal manera que la polimerización y la reticulación simultáneas de las respectivas resinas forman la red interpenetrada. A este respecto, las respectivas resinas reticuladas pueden formarse sustancialmente al mismo tiempo. Debe entenderse que los compuestos polimerizables mencionados anteriormente pueden incluir monómeros y oligómeros o prepolímeros individuales.

Una red interpenetrada también puede presentar determinadas propiedades que la distinguen de una simple mezcla de resinas. La red interpenetrada puede presentar una temperatura de transición vítrea que se encuentra entre o es intermedia con respecto a la temperatura de transición vítrea de cualquiera de dos de la primera resina reticulada, la segunda resina reticulada y la tercera resina. Por ejemplo, la red interpenetrada puede tener una temperatura de transición vítrea de desde 0°C hasta 300°C, tal como desde 10°C hasta 250°C, tal como desde 20°C hasta 200°C, tal como desde 30°C hasta 180°C. La temperatura de transición vítrea puede medirse mediante calorimetría diferencial de barrido según la norma ASTM E1356. Además, para otras propiedades que pueden presentar una distribución bimodal o una distribución trimodal debido a la presencia de una mezcla simple de dos resinas o tres resinas, respectivamente, tales propiedades de la red interpenetrada pueden presentar una distribución unimodal.

En general, las resinas del aglutinante pueden ser una resina termoplástica o una resina termoestable. Al menos una de las resinas del aglutinante es una resina termoestable de modo que puede curarse/reticularse. Por ejemplo, mediante curado, la resina termoestable puede endurecerse y permitir la formación de un recubrimiento. La resina termoestable se forma generalmente a partir de al menos una resina reticulable o polimerizable, tal como una resina (met)acrílica, resina de (met)acrilamida, resina alquídica, resina fenólica, resina amínica, resina de silicona, resina epoxídica, resina de polioliol, etc. Tal como se usa en el presente documento, el término "(met)acrílica" abarca generalmente resinas tanto acrílicas como metacrílicas, así como sales y ésteres de las mismas, por ejemplo, resinas de acrilato y metacrilato. En una realización, al menos dos de las resinas pueden ser resinas termoestables. En una realización, dos de las resinas pueden ser resinas termoestables mientras que una tercera resina puede ser una resina termoplástica. En otra realización, al menos tres de las resinas pueden ser resinas termoestables tras reticularse.

Con respecto a esto, la red interpenetrada puede contener una resina reticulada de polioliol. La resina reticulada de polioliol puede obtenerse haciendo reaccionar o reticulando polioles. En general, los polioles contienen dos o más grupos hidroxilo (es decir, definidos como un grupo -OH en el que el grupo -OH de un grupo carboxilo no se considera un grupo hidroxilo). En general, los polioles pueden ser polioles no poliméricos o polioles poliméricos. Los ejemplos de tales polioles pueden incluir, por ejemplo, un compuesto de diol, un poliéter polioliol, un poliéster polioliol, un policarbonato polioliol, un poliácilato polioliol, un poliuretano polioliol, un polisiloxano polioliol, un polioliol fenólico, un alcohol de azúcar, un polioliol dendrítico, etc. En una realización, el polioliol puede ser un compuesto de diol, un poliéter polioliol, un alcohol de azúcar y/o un polioliol dendrítico. Sin embargo, debe entenderse que el polioliol no puede limitarse a los mencionados anteriormente y puede incluir cualquier polioliol conocido en la técnica que pueda polimerizarse y/o reticularse.

Tal como se indicó anteriormente, el polioliol puede incluir un compuesto de diol. Por ejemplo, el polioliol puede ser un etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, butanodiol, pentanodiol, hexanodiol, heptanodiol, octanodiol,

nonanodiol, decanodiol, etc. Mientras que los mencionados anteriormente son compuestos de diol que contienen dos grupos hidroxilo, debe entenderse que también pueden emplearse compuestos que contienen grupos hidroxilo adicionales.

- 5 En una realización, el poliol puede incluir un poliuretano poliol. El poliuretano poliol puede formarse haciendo reaccionar uno o más grupos isocianato con un poliol.

En una realización, el poliol puede incluir un poliéter poliol. El poliéter poliol puede incluir un producto de etoxilación o propoxilación de agua o un diol. El poliéter poliol puede ser polietilenglicol, polipropilenglicol o una combinación de los mismos. En una realización, el poliéter poliol puede ser polietilenglicol. En otra realización, el poliéter poliol puede ser polipropilenglicol. Por ejemplo, el propilenglicol puede ser monopropilenglicol, dipropilenglicol y/o tripropilenglicol.

De manera adicional, el poliol puede incluir un poliéster poliol. El poliéster poliol puede prepararse mediante una reacción de policondensación de un ácido o anhídrido correspondiente con un alcohol polihidroxilado. Por ejemplo, los ácidos adecuados incluyen, pero no se limitan a, ácido benzoico, ácido maleico, ácido adípico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico y ácido sebáico, así como sus anhídridos correspondientes, y ácidos grasos diméricos y ácidos grasos triméricos y aceites cortos. Los alcoholes polihidroxilados adecuados incluyen, pero no se limitan a, etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, neopentilglicol, tetraetilenglicol, dioles de policarbonato, trimetiloetano, trimetilopropano, glicerol, 1,4-ciclohexanodiol, 1,4-ciclohexanodimetanol y glicerol.

En otra realización, el poliol puede incluir un poliacrilato poliol. El poliacrilato poliol puede prepararse mediante una reacción de copolimerización de un monómero de (met)acrilato de hidroxialquilo, tal como, por ejemplo, un (met)acrilato de hidroxialquilo C1-C8, con un monómero de acrilato, tal como, por ejemplo, un acrilato de alquilo C1-C10 y un acrilato de cicloalquilo C6-C12, o con un monómero de metacrilato, tal como, por ejemplo, un metacrilato de alquilo C1-C10 y un metacrilato de cicloalquilo C6-C12, o con un monómero de vinilo, tal como, por ejemplo, estireno, α -metilestireno, acetato de vinilo, versatato de vinilo, o con una mezcla de dos o más de tales monómeros. Los monómeros de (met)acrilato de hidroxialquilo adecuados incluyen, por ejemplo, acrilato de hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo. Los monómeros de (met)acrilato de alquilo adecuados incluyen, por ejemplo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de butilo, acrilato de butilo, metacrilato de etilhexilo, metacrilato de isobornilo. Los poliacrilato polioles adecuados incluyen, por ejemplo, copolímeros de (met)acrilato de hidroxialquilo (C2-C8)-co-(met)acrilato de alquilo (C2-C8).

El poliol también puede incluir un alcohol de azúcar. Por ejemplo, el alcohol de azúcar puede ser un alcohol a base de sacarosa. Por ejemplo, el poliol puede ser un sorbitol o un poliol a base de sorbitol. El sorbitol puede ser un sorbitol etoxilado y/o propoxilado.

En una realización adicional, el poliol puede ser un poliol dendrítico. Como otros polioles, los polioles dendríticos contienen grupos hidroxilo reactivos que pueden reaccionar con otros grupos funcionales. Generalmente, tales polioles dendríticos pueden ofrecer una gran cantidad de grupos hidroxilo primarios a lo largo de una estructura principal polimérica densamente ramificada. El poliol dendrítico puede ser un poliol dendrítico a base de carbono o un poliol dendrítico a base de silicio o una combinación de los mismos. Es decir, el poliol base usado para la formación del poliol dendrítico puede incluir carbono, silicio o una combinación de los mismos. En una realización, el poliol base incluye carbono. En otra realización, el poliol base incluye una combinación de silicio y carbono (es decir, un carbosilano). Sin embargo, debe entenderse que el poliol base también puede incluir otros átomos, tal como otro átomo de oxígeno fuera del grupo hidroxilo.

Además, para formar el poliol dendrítico, el poliol base debe tener una estructura ramificada. Por ejemplo, a partir de un átomo central, debe haber al menos tres, tal como al menos cuatro grupos sustituyentes o ramificaciones que se extiendan desde allí y permitan la formación de una estructura dendrítica. Además, el poliol dendrítico puede tener un grado promedio de ramificación superior a cero e inferior o igual a 1, tal como de desde 0,2 hasta 0,8. Generalmente, según la definición, los polioles estrictamente lineales tienen un grado de ramificación de cero e idealmente los polioles dendríticos tienen un grado de ramificación de 1,0. El grado promedio de ramificación puede determinarse mediante espectroscopia de ^{13}C -RMN.

Además, el poliol dendrítico puede ser un poliéter poliol y/o un poliéster poliol. En una realización, el poliol dendrítico puede ser un poliéter poliol. En otra realización, el poliol dendrítico puede ser un poliéster poliol. En otra realización, el poliol dendrítico puede ser una combinación de un poliéter poli [SIC] y un poliéster poliol.

El poliol dendrítico tiene de al menos 2, tal como al menos 3, tal como al menos 4, tal como al menos 5, tal como al menos 6, tal como al menos 8, tal como al menos 10, tal como al menos 15, tal como al menos 20, tal como al menos 30, tal como al menos 50, tal como al menos 100 grupos hidroxilo terminales a 1000 o menos, tal como 500 o menos, tal como 100 o menos, tal como 75 o menos, tal como 50 o menos, tal como 25 o menos, tal como 15 o menos, tal como 10 o menos grupos hidroxilo terminales. El poliol dendrítico tiene un peso molecular de al menos 500 g/mol, tal como de al menos 1.000 g/mol, tal como al menos 1.500 g/mol, tal como al menos 2.000 g/mol, tal como al menos 2.500 g/mol, tal como al menos 3.000 g/mol, tal como al menos 4.000 g/mol, tal como al menos

5.000 g/mol, tal como al menos 6.000 g/mol, tal como al menos 10.000 g/mol a 100.000 g/mol o menos, tal como 75.000 g/mol o menos, tal como 50.000 g/mol o menos, tal como 25.000 g/mol o menos, tal como 15.000 g/mol o menos, tal como 10.000 g/mol o menos, tal como 7.500 g/mol o menos, tal como 6.000 g/mol o menos, tal como 5.000 g/mol o menos. Si bien no está necesariamente limitado, el poliol dendrítico puede ser cualquiera de los disponibles con el nombre Boltorn™.

Cuando se emplean tales polioles dendríticos, pueden obtenerse redes reticuladas. Por ejemplo, las redes reticuladas pueden obtenerse a través una reacción de condensación con cualquier silano, en particular silanos hidrolizados presentes en la formulación. Además, pueden producirse reacciones con una resina de melamina. Con respecto a esto, el poliol dendrítico puede servir como agente de reticulación. En particular, puede formarse un producto intermedio de carbocatión en la resina de melamina. Después de eso, puede producirse condensación entre la resina de melamina y el poliol dendrítico. Tales reacciones pueden producirse a través de mecanismos SN1. Además de tales reacciones, el poliol dendrítico también puede reaccionar con el sustrato de vidrio. Es decir, el poliol dendrítico puede reaccionar con los grupos hidroxilo presentes en el sustrato de vidrio. Tal reacción puede mejorar la fuerza adhesiva del recubrimiento sobre el sustrato de vidrio, lo que da como resultado mejores propiedades de tracción de perno y trama cruzada.

Generalmente, puede emplearse cualquiera de una variedad de mecanismos de curado para formar la resina reticulada de poliol. En determinadas realizaciones, por ejemplo, puede emplearse un agente de reticulación para ayudar a facilitar la formación de enlaces de reticulación. Por ejemplo, puede emplearse un agente de reticulación de isocianato que pueda reaccionar con grupos amina o hidroxilo en el compuesto polimerizable de poliol. El agente de reticulación de isocianato puede ser un agente de reticulación de poliisocianato. Además, el agente de reticulación de isocianato puede ser alifático (por ejemplo, diisocianato de hexametileno, diisocianato de isofozona, etc.) y/o aromático (por ejemplo, 2,4-diisocianato de tolieno, 2,6-diisocianato de tolieno, etc.). La reacción puede proporcionar enlaces de urea cuando reacciona con un grupo amina y enlaces de uretano cuando reacciona con un grupo hidroxilo. A este respecto, el polímero o resina reticulados puede ser un poliuretano.

En aún otra realización, puede emplearse un agente de reticulación de melamina que puede reaccionar con los grupos hidroxilo en el compuesto polimerizable de poliol para formar los enlaces de reticulación. Los agentes de reticulación de melamina adecuados pueden incluir, por ejemplo, resinas obtenidas por adición-condensación de un compuesto de amina (por ejemplo, melamina, guanamina o urea) con formaldehído. Agentes de reticulación particularmente adecuados son resinas de melamina total o parcialmente metiloladas, tales como hexametilo melamina, pentametilo melamina, tetrametilo melamina, etc., así como mezclas de las mismas. Tales reacciones pueden proporcionar enlaces de éter cuando se hace reaccionar un grupo hidroxilo del compuesto polimerizable de poliol con un grupo hidroxilo del agente de reticulación de amina (por ejemplo, melamina). Con respecto a esto, el polímero o resina reticulados puede ser un poliuretano.

En una realización, la primera resina reticulada es una resina reticulada de poliol con enlaces de uretano formados por el poliol y el agente de reticulación. Con respecto a esto, el poliol se reticula con un agente de reticulación de isocianato. En otra realización, la primera resina reticulada es una resina reticulada de poliol con enlaces de éter formados por el poliol y el agente de reticulación. Con respecto a esto, el poliol se reticula con un agente de reticulación de amina que contiene grupos hidroxilo, tal como un agente de reticulación de melamina-formaldehído.

En general, las reacciones pueden producirse a través de un mecanismo SN1 en presencia de un catalizador ácido (por ejemplo, ácido p-toluenosulfónico). Por ejemplo, cuando se emplea un agente de reticulación de melamina-formaldehído, un átomo de oxígeno ubicado en la melamina-formaldehído puede atacar un protón (en $-\text{CH}_2\text{OCH}_3$) para generar un producto intermedio de carbocatión con el $-\text{CH}_3\text{OH}$ restante como subproducto. Luego, el oxígeno nucleofílico en el poliol puede atacar al producto intermedio de carbocatión electrofílico para crear un enlace químico entre la melamina-formaldehído y el poliol.

En una realización, el aglutinante también puede contener una resina de acrilato. La resina de acrilato puede ser una derivada del ácido acrílico, ácido metacrílico o una combinación de los mismos. Por ejemplo, el monómero de acrilato incluye, pero no se limita a, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-propilo, acrilato de i-propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de s-butilo, acrilato de i-butilo, acrilato de t-butilo, acrilato de n-amilo, acrilato de i-amilo, acrilato de isobornilo, acrilato de n-hexilo, acrilato de 2-etilbutilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-octilo, acrilato de n-decilo, acrilato de metilciclohexilo, acrilato de ciclopentilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de i-propilo, metacrilato de i-butilo, metacrilato de n-amilo, metacrilato de n-hexilo, metacrilato de i-amilo, metacrilato de s-butilo, metacrilato de t-butilo, metacrilato de 2-etilbutilo, metacrilato de metilciclohexilo, metacrilato de cinamilo, metacrilato de crotilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclopentilo, metacrilato de 2-etoxietilo, metacrilato de isobornilo, etc., así como combinaciones de los mismos.

En una realización, los monómeros de acrilato pueden ser monómeros de diacrilato. Por ejemplo, los monómeros de acrilato pueden ser monómeros de diacrilato que incluyen, pero no se limitan a, diacrilato de metilo, diacrilato de etilo, diacrilato de n-propilo, diacrilato de i-propilo, diacrilato de n-butilo, diacrilato de s-butilo, diacrilato de i-butilo, diacrilato de t-butilo, diacrilato de n-amilo, diacrilato de i-amilo, diacrilato de isobornilo, diacrilato de n-hexilo,

diacrilato de 2-etilbutilo, diacrilato de 2-etilhexilo, diacrilato de n-octilo, diacrilato de n-decilo, diacrilato de metilciclohexilo, diacrilato de ciclopentilo, diacrilato de ciclohexilo, dimetacrilato de metilo, dimetacrilato de etilo, dimetacrilato de 2-hidroxi-etilo, dimetacrilato de n-propilo, dimetacrilato de n-butilo, dimetacrilato de i-propilo, dimetacrilato de i-butilo, dimetacrilato de n-amilo, dimetacrilato de n-hexilo, dimetacrilato de i-amilo, dimetacrilato de s-butilo, dimetacrilato de t-butilo, dimetacrilato de 2-etilbutilo, dimetacrilato de metilciclohexilo, dimetacrilato de cinamilo, dimetacrilato de crotilo, dimetacrilato de ciclohexilo, dimetacrilato de ciclopentilo, dimetacrilato de 2-etoxietilo, dimetacrilato de isobornilo, etc., así como combinaciones de los mismos.

En general, los monómeros de acrilato pueden ser monómeros alifáticos. Por ejemplo, los monómeros pueden usarse para formar oligómeros alifáticos. Con respecto a esto, en una realización, los monómeros u oligómeros alifáticos pueden no contener ningún componente aromático.

Los monómeros también pueden incluir cualquier derivado de los mencionados anteriormente. En general, estos monómeros pueden denominarse compuestos polimerizables de las resinas de acrilato. En una realización adicional, los monómeros pueden polimerizarse, incluyendo mediante polimerización de injerto, bloque o al azar, con un monómero que no es de acrilato para formar un copolímero de acrilato. Tal como se usa en el presente documento, un copolímero de (met)acrilato puede significar o bien un copolímero de metacrilato o bien un copolímero de acrilato, ya sea en su forma modificada o no modificada. Por ejemplo, un copolímero de este tipo puede comprender cualquiera de los monómeros de acrilato contenidos en el presente documento copolimerizados con poliésteres, poli(acetatos de vinilo), poliuretanos, poliestireno o combinaciones de los mismos. En un ejemplo, el copolímero puede incluir un copolímero de poliestireno y, más particularmente, un copolímero de metacrilato de metilo y poliestireno.

En una realización, la resina de acrilato está elaborada a partir de monómeros que incluyen monoacrilatos y diacrilatos. En otra realización, los monómeros consisten en monómeros de diacrilato.

Las resinas de acrilato también pueden incluir además un grupo funcional glicidilo. Por ejemplo, el monómero de acrilato puede ser un monómero de acrilato que contiene un grupo glicidilo, de modo que el grupo glicidilo no forma parte de la estructura principal, sino que confiere funcionalidad al monómero de acrilato.

En general, estas resinas de acrilato pueden sintetizarse según cualquier método conocido en la técnica. Las resinas de acrilato pueden formarse en una etapa de reacción o en más de una etapa de reacción. Si se emplean múltiples etapas, puede formarse inicialmente un prepolímero que luego puede someterse a reacciones adicionales para sintetizar las resinas de acrilato dadas a conocer en el presente documento. Además, las resinas de acrilato pueden sintetizarse usando radiación UV.

Además, los grupos glicidilo o epoxi de las resinas pueden estar reticulados. La reticulación puede realizarse usando cualquier método y usando cualquier agente de reticulación generalmente empleado en la técnica. El agente de reticulación puede ser una amina, una amida, un acrilato o una combinación de los mismos. En una realización, el agente de reticulación puede ser una amina. En una realización, el agente de reticulación puede ser una diamina, una triamina o una combinación de las mismas. En otra realización, el agente de reticulación puede ser una amida. En una realización adicional, el agente de reticulación puede ser un acrilato. Por ejemplo, el acrilato puede ser un acrilato etoxilado, tal como un triacrilato de trimetilolpropano etoxilado. Sin pretender estar limitado por la teoría, se cree que puede emplearse la reticulación para mejorar la integridad del recubrimiento.

En general, puede usarse un iniciador (por ejemplo, peróxido de benzoílo) para formar un radical libre que puede atacar un doble enlace en un agente de reticulación, monómero u oligómero para formar radicales libres que luego pueden atacar a otros monómeros u oligómeros y formar una red reticulada tridimensional.

En una realización, el aglutinante también puede contener una resina epoxídica. En general, una resina epoxídica de este tipo puede formarse usando cualquier método generalmente conocido en la técnica. Las resinas epoxídicas pueden sintetizarse a partir de cualquier compuesto que contenga un componente epoxídico. Tales compuestos pueden incluir al menos un grupo funcional epóxido, tal como al menos dos grupos funcionales epóxido. En general, un compuesto epoxídico es un compuesto que incluye grupos epóxido y puede reaccionar o reticularse. Estos compuestos que contienen los grupos funcionales epóxido pueden denominarse compuestos polimerizables de las resinas epoxídicas.

Las resinas epoxídicas adecuadas incluyen, pero no se limitan a, resinas epoxídicas a base de bisfenoles y polifenoles, tales como bisfenol A, tetrametilbisfenol A, bisfenol F, bisfenol S, tetrakisfenilolefano, resorcinol, 4,4'-bifenilo, dihidroxi-naftileno y resinas epoxídicas derivadas de novolacas, tales como novolaca de fenol:formaldehído, novolaca de cresol:formaldehído, novolaca de bisfenol A, novolaca de fenol:formaldehído modificada con bifenilo, tolueno, xileno o mesitileno, resinas de novolaca de aminotriazina y resinas epoxídicas heterocíclicas derivadas de p-aminofenol y ácido cianúrico. De manera adicional, son adecuadas las resinas epoxídicas alifáticas derivadas de esqueletos de 1,4-butanodiol, glicerol y dicitlopentadieno. Ejemplos de compuestos epoxídicos heterocíclicos son la diglicidilhidantoína o el isocianurato de triglicidilo.

En determinadas realizaciones, las resinas epoxídicas pueden incluir un diglicidil éter. Por ejemplo, las resinas epoxídicas pueden ser ciclohexanodimetanol hidrogenado no aromático y diglicidil éteres de resina epoxídica de tipo bisfenol A hidrogenada (por ejemplo, resina epoxídica hidrogenada de bisfenol A-epiclorhidrina), ciclohexanodimetanol. Otra resina epoxídica no aromática adecuada puede incluir resinas epoxídicas cicloalifáticas.

De manera adicional, el compuesto epoxídico puede ser una combinación de un compuesto epoxídico y un compuesto de acrilato. Por ejemplo, tal compuesto puede ser un oligómero de acrilato epoxídico, tal como un diacrilato epoxídico, un tetraacrilato epoxídico o una combinación de los mismos. Por ejemplo, tal compuesto puede ser un diacrilato epoxídico de bisfenol A, un tetraacrilato epoxídico de bisfenol A o una combinación de los mismos. Tal acrilato puede ser cualquiera de los mencionados en el presente documento. Por ejemplo, el compuesto puede ser un dimetacrilato epoxídico de bisfenol A o un tetrametacrilato epoxídico de bisfenol A. Tales oligómeros también pueden modificarse para incluir un grupo sustituyente. Por ejemplo, tal grupo sustituyente puede incluir una amina, un grupo carboxilo (por ejemplo, un ácido graso), etc.

Además, los grupos epoxi de las resinas pueden reticularse usando cualquier método y usando cualquier agente de reticulación generalmente empleado en la técnica. El agente de reticulación puede ser una amina, una amida, un ácido, un fenol, un alcohol, etc. En una realización, el agente de reticulación puede ser una amina. En una realización, el agente de reticulación puede ser una diamina, una triamina o una combinación de las mismas. En otra realización, el agente de reticulación puede ser una amida. En una realización, el agente de reticulación puede ser un acrilato, tal como un diacrilato o un triacrilato. En general, puede usarse un iniciador (por ejemplo, peróxido de benzoílo) para formar un radical libre que puede atacar un doble enlace en un agente de reticulación u oligómero para formar radicales libres monoméricos que luego pueden atacar a otros oligómeros y formar una red reticulada tridimensional.

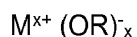
El aglutinante también puede contener una resina que contiene silicio. Por ejemplo, la resina que contiene silicio puede ser una resina de polisiloxano. En particular, la resina de polisiloxano puede ser una resina de polisilsesquioxano. En general, una resina que contiene silicio de este tipo puede formarse usando cualquier método generalmente conocido en la técnica. Por ejemplo, la resina que contiene silicio puede formarse haciendo reaccionar compuestos de organosilicio, tales como compuestos de organosilano. Es decir, los compuestos de organosilicio, tales como los compuestos de organosilano, pueden denominarse compuestos polimerizables de la resina que contiene silicio.

Estos compuestos de organosilicio pueden incluir compuestos de organosilano, tales como alquilsilanos que incluyen alquilsilanos sustituidos. Los compuestos de organosilicio también pueden incluir organoalcoxisilanos, organofluorosilanos, etc. Con respecto a esto, los compuestos de organosilicio pueden incluir una combinación de compuestos de alquilsilano y compuestos de organoalcoxisilano.

Los ejemplos de compuestos de organoalcoxisilano incluyen aquellos como el compuesto de organoalcoxisilano mencionado anteriormente empleado en el aglutinante usando el procedimiento sol-gel. En una realización, la resina que contiene silicio está elaborada a partir de compuestos de organosilicio que consisten en compuestos de organoalcoxisilano tal como se mencionó anteriormente.

En una realización, el aglutinante puede formarse a través de sol-gel. Por ejemplo, el aglutinante puede formarse a partir de un compuesto de alcóxido metálico y/o no metálico. En particular, tales alcóxidos pueden emplearse para formar un recubrimiento de alcóxido polimerizado (o condensado). Por ejemplo, los compuestos pueden someterse a una reacción de hidrólisis y una reacción de condensación. Luego, el disolvente se elimina mediante calentamiento u otros medios para proporcionar el recubrimiento.

Generalmente, un alcóxido puede tener la siguiente fórmula general



en la que,

x es de desde 1 hasta 4;

R es un alquilo o cicloalquilo; y

M es un catión metálico o no metálico.

Aunque, por consiguiente, R, M, y x pueden seleccionarse generalmente, en determinadas realizaciones, pueden seleccionarse según lo siguiente.

Tal como se indicó anteriormente, "x" puede ser desde 1 hasta 4. Sin embargo, "x" puede seleccionarse basándose en la valencia del catión metálico o no metálico elegido. Tal como se indicó anteriormente, "x" puede ser 1, 2, 3 ó 4. En una realización, "x" es 1 mientras que en otras realizaciones, "x" puede ser 2. En otra realización, "x" puede ser 3

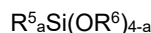
mientras que en otra realización, "x" puede ser 4.

De manera similar, "R" puede seleccionarse basándose en las características deseadas, incluyendo la estereoespecificidad deseada del alcóxido resultante. Por ejemplo, "R" puede ser un alquilo o cicloalquilo. Con respecto a esto, tal alquilo puede ser C₁ o mayor, tal como C₁-C₆, tal como C₁-C₃, tal como C₂-C₃. Mientras tanto, tal cicloalquilo puede ser C₃ o mayor, tal como C₃-C₆, tal como C₄-C₆, tal como C₄-C₅. Cuando "R" es un alquilo, "R" puede seleccionarse para que sea un grupo metilo, etilo, butilo, propilo o isopropilo. En una realización, "R" puede ser un grupo propilo, tal como un grupo isopropilo. Cuando R es un cicloalquilo, "R" puede ser un grupo ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo o ciclohexilo.

Tal como se indicó anteriormente, "M" puede ser un catión metálico o un catión no metálico. En una realización, "M" puede ser un catión metálico. El metal puede ser un metal del grupo IA, IIA, IIIA, IVA, VA, VIA, IB, IIB, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB o VIIIB. Por ejemplo, "M", aunque no se limita necesariamente a lo siguiente, puede ser aluminio, cobalto, cobre, galio, germanio, hafnio, hierro, lantano, molibdeno, níquel, niobio, renio, escandio, silicio, sodio, tántalo, estaño, titanio, tungsteno o zirconio. En una realización particular, "M" puede ser cobre, aluminio, zinc, circonio, silicio o titanio. En una realización, "M" puede incluir cualquier combinación de los mencionados anteriormente. Por ejemplo, el alcóxido puede incluir una combinación de alcóxidos que incluyen cobre, aluminio, zinc, circonio, silicio y titanio. En una realización, "M" puede incluir al menos silicio. En otra realización, "M" puede ser un catión no metálico, tal como un metaloide tal como se conoce generalmente en la técnica.

En aún realizaciones adicionales, los alcóxidos pueden seleccionarse según las siguientes realizaciones a modo de ejemplo. Por ejemplo, los alcóxidos a modo de ejemplo pueden incluir Cu(OR), Cu(OR)₂, Al(O)₃, Zr(O)₄, Si(O)₄, Ti(O)₄ y Zr(O)₂, en los que R es un grupo alquilo C₁ o mayor. Por ejemplo, el alcóxido metálico puede incluir, pero sin limitarse a, butóxido de aluminio, isopropóxido de titanio, propóxido de titanio, butóxido de titanio, isopropóxido de circonio, propóxido de circonio, butóxido de circonio, etóxido de circonio, etóxido de tántalo, butóxido de tántalo, etóxido de niobio, butóxido de niobio, t-butóxido de estaño, etóxido de tungsteno (VI), germanio, isopropóxido de germanio, hexiltrimetoxisilano, tetraetoxisilano, etc., y en una realización más particular puede ser isopropóxido de titanio, n-propóxido de circonio, s-butóxido de aluminio, propóxido de cobre y/o tetraetoxisilano.

En particular, el compuesto de alcóxido puede ser un compuesto de organoalcoxisilano. Los ejemplos de compuestos de organoalcoxisilano incluyen aquellos que tienen la siguiente fórmula general:



en la que,

a es de desde 0 hasta 3, y en algunas realizaciones, desde 0 hasta 1;

R⁵ es un alquilo, alqueno, arilo, heteroarilo, cicloalquilo, heterociclilo, halo o haloalquilo; y

R⁶ es un alquilo.

En ciertas realizaciones, "a" es 0 de modo que el compuesto de organosilano se considera un organosilicato. Un ejemplo de un compuesto de este tipo es el ortosilicato de tetraetilo (Si(OC₂H₅)₄). En otras realizaciones, "a" es 1 de modo que el compuesto de organosilano se considera un compuesto de trialcoxisilano. En una realización, por ejemplo, R⁵ en el compuesto de trialcoxisilano puede ser un alquilo, arilo o haloalquilo (por ejemplo, fluoroalquilo). Tal grupo puede tener al menos 1 átomo de carbono, tal como al menos 2 átomos de carbono, tal como al menos 3 átomos de carbono y puede tener 25 átomos de carbono o menos, tal como 20 átomos de carbono o menos, tal como 10 átomos de carbono o menos, tal como 5 átomos de carbono o menos. Varios ejemplos de tales compuestos de trialcoxisilano incluyen, por ejemplo, etiltrimetoxisilano (CH₃CH₂Si(OCH₃)₃), etiltrióxido de silicio (CH₃CH₂Si(OCH₂CH₃)₃), feniltrimetoxisilano (fenil-(OCH₃)₃), feniltrióxido de silicio (fenil-(OCH₂CH₃)₃), hexiltrimetoxisilano (CH₃(CH₂)₅Si(OCH₃)₃), hexiltrióxido de silicio (CH₃(CH₂)₅Si(OCH₂CH₃)₃), heptadecapfluoro-1,2,2-tetrahydrodeciltrimetoxisilano (CF₃(CF₂)₇(CH₂)₂Si(OCH₃)₃), 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano (CH₂(O)CH-CH₂O-(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃), etc., así como combinaciones de los mismos.

Generalmente, puede emplearse cualquiera de una variedad de mecanismos de curado para formar la resina que contiene silicio. Por ejemplo, los alcoxisilanos pueden someterse a una reacción de hidrólisis para convertir los grupos OR⁶ en grupos hidroxilo. Después de eso, los grupos hidroxilo pueden someterse a una reacción de condensación para formar un grupo funcional de siloxano. En general, las reacciones pueden producirse a través de un mecanismo SN₂ en presencia de un ácido. Por ejemplo, los silanos pueden hidrolizarse y luego condensarse para formar la red reticulada. Además, los silanos hidrolizados también pueden reaccionar con partículas de sílice, tales como nanopartículas de sílice, cuando se emplean.

Para iniciar la reacción, el compuesto de organosilano puede disolverse inicialmente en un disolvente para formar una disolución. Particularmente adecuados son los disolventes orgánicos, tales como hidrocarburos (por ejemplo, benceno, tolueno y xileno); éteres (por ejemplo, tetrahydrofurano, 1,4-dioxano y dietil éter); cetonas (por ejemplo,

metil etil cetona); disolventes a base de halógenos (por ejemplo, cloroformo, cloruro de metileno y 1,2-dicloroetano); alcoholes (por ejemplo, metanol, etanol, alcohol isopropílico y alcohol isobutílico); etc., así como combinaciones de cualquiera de los anteriores. Los alcoholes son particularmente adecuados para su uso en la presente invención. La concentración del disolvente orgánico dentro de la disolución puede variar, pero se emplea normalmente en una cantidad de desde aproximadamente el 70% en peso hasta aproximadamente el 99% en peso, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 80% en peso hasta aproximadamente el 98% en peso, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 85% en peso hasta aproximadamente el 97% en peso de la disolución. Asimismo los compuestos de organosilano pueden constituir desde aproximadamente el 1% en peso hasta aproximadamente el 30% en peso, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 2% en peso hasta aproximadamente el 20% en peso, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 3% en peso hasta aproximadamente el 15% en peso de la disolución.

En general, las resinas reticuladas forman reticulaciones consigo mismas. Es decir, por ejemplo, la primera resina reticulada se forma haciendo reaccionar un polioliol con un agente de reticulación. La segunda resina reticulada se forma haciendo reaccionar compuestos que contienen silicona. Sin embargo, en una realización, una resina puede formar enlaces covalentes con otra resina. Por ejemplo, la primera resina reticulada de polioliol también puede tener algunos enlaces covalentes con otra resina, tal como la resina que contiene silicio. Además, las partículas de sílice, tales como las nanopartículas de sílice, cuando se emplean, también pueden usarse para reaccionar con la resina de polioliol para introducir nanopartículas en la resina reticulada de polioliol.

ii. Frita de vidrio

El recubrimiento también contiene al menos una frita de vidrio. La frita de vidrio puede ayudar a adherir el recubrimiento al sustrato. La frita de vidrio contiene normalmente SiO_2 en una cantidad de desde aproximadamente el 25% en moles hasta aproximadamente el 55% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 30% en moles hasta aproximadamente el 50% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 35% en moles hasta aproximadamente el 45% en moles. También pueden emplearse otros óxidos. Por ejemplo, los óxidos de metales alcalinos (por ejemplo, Na_2O o K_2O) pueden constituir desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 35% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 10% en moles hasta aproximadamente el 30% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 15% en moles hasta aproximadamente el 25% en moles de la frita. También puede emplearse Al_2O_3 en una cantidad de desde aproximadamente el 1% en moles hasta aproximadamente el 15% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 2% en moles hasta aproximadamente el 12% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 10% en moles de la frita.

En otras realizaciones, la composición también puede contener un óxido de metal de transición (por ejemplo, ZnO) como supresor del punto de fusión, tal como en una cantidad de desde aproximadamente el 5% en moles hasta aproximadamente el 40% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 10% en moles hasta aproximadamente el 35% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 15% en moles hasta aproximadamente el 30% en moles de la frita. La frita de vidrio también puede incluir óxidos que ayuden a conferir el color deseado. Por ejemplo, puede emplearse dióxido de titanio (TiO_2) para ayudar a proporcionar un color blanco, tal como en una cantidad de desde aproximadamente el 0,1% en moles hasta aproximadamente el 10% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,5% en moles hasta aproximadamente el 8% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 1% en moles hasta aproximadamente el 5% en moles de la frita.

Asimismo, puede emplearse óxido de bismuto (Bi_2O_3) en determinadas realizaciones para ayudar a proporcionar el color negro. Cuando se emplea, el Bi_2O_3 puede constituir de desde aproximadamente el 10% en moles hasta aproximadamente el 50% en moles, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 25% en moles hasta aproximadamente el 45% en moles, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 30% en moles hasta aproximadamente el 40% en moles de la frita.

Además de los anteriores, la frita de vidrio puede incluir varios otros óxidos, incluyendo óxido crómico, dióxido de torio, óxido de cobre, óxido de níquel, óxido de manganeso, óxido de hierro, óxido de rubidio o cualquier combinación de los mismos (incluyendo cualquier combinación con cualquiera de los otros óxidos mencionados anteriormente).

Por supuesto, además de o en lugar de controlar el contenido de óxido de la frita para proporcionar el color deseado, también pueden emplearse pigmentos en la capa de pintura tal como se conoce en la técnica. Los ejemplos de tales pigmentos pueden incluir, por ejemplo, pigmentos metálicos (por ejemplo, escamas de aluminio, escamas de cobre-bronce y mica recubierta de óxido metálico), pigmentos blancos (por ejemplo, dióxido de titanio, óxido de zinc, etc.), pigmentos negros (por ejemplo, negro de carbono, negro de hierro, negro de titanio, etc.), pigmentos verdes (por ejemplo, pigmentos de óxido de cromo, pigmentos de cobre), pigmentos rojos/naranjas/amarillos (por ejemplo, pigmentos de óxido de hierro), etc.

La frita de vidrio está presente normalmente en el recubrimiento en una cantidad de aproximadamente el 40% en peso o más, tal como aproximadamente el 50% en peso o más, tal como aproximadamente el 60% en peso o más,

tal como aproximadamente el 70% en peso o más a aproximadamente el 99% en peso o menos, tal como aproximadamente el 95% en peso o menos, tal como aproximadamente el 90% en peso o menos, tal como aproximadamente el 85% en peso o menos, tal como aproximadamente el 80% en peso o menos, tal como aproximadamente el 70% en peso o menos. Tal concentración puede ser para un recubrimiento después del curado y/o después del templado.

Independientemente de la composición elegida de la frita de vidrio, la frita de vidrio puede incluir partículas que tienen una distribución estrecha de diámetro de partícula. Por ejemplo, la frita de vidrio puede tener un diámetro de partícula promedio de entre aproximadamente 0,1 μm y aproximadamente 50 μm . Sin embargo, la frita de vidrio según la presente divulgación puede tener un diámetro de partícula fuera del intervalo, tal como mayor de aproximadamente 1 μm , tal como mayor de aproximadamente 5 μm , tal como mayor de aproximadamente 10 μm , tal como mayor de aproximadamente 15 μm , tal como mayor de aproximadamente 20 μm , tal como mayor de aproximadamente 25 μm , tal como mayor de aproximadamente 30 μm , tal como mayor de aproximadamente 35 μm , tal como mayor de aproximadamente 40 μm , tal como mayor de aproximadamente 45 μm , tal como mayor de aproximadamente 50 μm , tal como mayor de aproximadamente 55 μm , tal como mayor de aproximadamente 60 μm , tal como mayor de aproximadamente 70 μm , tal como menos de aproximadamente 100 μm , tal como menos de aproximadamente 95 μm , tal como menos de aproximadamente 90 μm , tal como menos de aproximadamente 85 μm , tal como menos de aproximadamente 80 μm , tal como menos de aproximadamente 75 μm , tal como menos de aproximadamente 70 μm , tal como menos de aproximadamente 65 μm .

La frita de vidrio puede tener un D50 de 2 μm o más, tal como 2,5 μm o más, tal como 3 μm o más, tal como 3,5 μm o más, tal como 4 μm o más a 7 μm o menos, tal como 6,5 μm o menos, tal como 6 μm o menos, tal como 5,5 μm o menos, tal como 5 μm o menos, tal como 4,5 μm o menos, tal como 4 μm o menos. La frita de vidrio puede tener un D10 de 0,25 μm o más, tal como 0,5 μm o más, tal como 0,75 μm o más, tal como 1 μm o más a 2,5 μm o menos, tal como 2 μm o menos, tal como 1,5 μm o menos, tal como 1,25 μm o menos. La frita de vidrio puede tener un D90 de 6 μm o más, tal como 6,5 μm o más, tal como 7 μm o más, tal como 7,5 μm o más, tal como 8 μm o más, tal como 8,5 μm o más, tal como 9 μm o más, tal como 9,5 μm o más, tal como 10 μm o más, tal como 10,5 μm o más, tal como 11 μm o más a 20 μm o menos, tal como 15 μm o menos, tal como 14 μm o menos, tal como 13 μm o menos, tal como 12,5 μm o menos, tal como 12 μm o menos, tal como 11,5 μm o menos.

La frita de vidrio puede tener una temperatura de fusión de desde aproximadamente 400°C hasta aproximadamente 700°C, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 500°C hasta aproximadamente 600°C.

Además, la frita de vidrio empleada puede tener una temperatura de transición vítrea de 300°C o más, tal como 350°C o más, tal como 400°C o más, tal como 425°C o más, tal como 450°C o más, tal como 470°C o más, tal como 475°C o más, tal como 500°C o más, tal como 525°C o más, tal como 550°C o más, tal como 560°C o más. La temperatura de transición vítrea puede ser de 800°C o menos, tal como 750°C o menos, tal como 700°C o menos, tal como 650°C o menos, tal como 600°C o menos, tal como 575°C o menos. En una realización, la frita de vidrio puede tener dos temperaturas de transición vítrea.

La frita de vidrio puede tener un tamaño de partícula particular. Por ejemplo, la frita de vidrio puede tener un tamaño de partícula promedio de 0,1 micrómetros o más, tal como 0,25 micrómetros o más, tal como 0,5 micrómetros o más, tal como 1 micrómetro o más, tal como 2 micrómetros o más, tal como 2,5 micrómetros o más, tal como 3 micrómetros o más a 9 micrómetros o menos, tal como 8 micrómetros o menos, tal como 5 micrómetros o menos, tal como 4 micrómetros o menos, tal como 3,5 micrómetros o menos. La frita de vidrio también puede tener una mediana de tamaño de partícula dentro de los valores de tamaño de partícula mencionados anteriormente. La frita de vidrio puede tener un D10 de 0,05 micrómetros o más, tal como 0,1 micrómetros o más, tal como 0,2 micrómetros o más, tal como 0,3 micrómetros o más, tal como 0,35 micrómetros o más a 1 micrómetro o menos, tal como 0,75 micrómetros o menos, tal como 0,5 micrómetros o menos, tal como 0,4 micrómetros o menos. La frita de vidrio puede tener un D90 de 5 micrómetros o más, tal como 7,5 micrómetros o más, tal como 8 micrómetros o más, tal como 8,5 micrómetros o más, tal como 9 micrómetros o más a 25 micrómetros o menos, tal como 20 micrómetros o menos, tal como 15 micrómetros o menos, tal como 13 micrómetros o menos, tal como 11 micrómetros o menos, tal como 10 micrómetros o menos, tal como 9,5 micrómetros o menos.

Además, la frita de vidrio puede proporcionarse en forma de líquido. Tal líquido puede incluir otros componentes, tales como un aglutinante. Por ejemplo, en una realización, tal aglutinante puede incluir un polímero, en particular un polímero no reticulado. Con respecto a esto, tal polímero puede ser un polímero termoplástico. El polímero termoplástico puede ser lineal, ramificado o dendrítico. En una realización particular, el polímero termoplástico puede ser un polímero lineal. En otra realización particular, el polímero termoplástico puede ser un polímero ramificado.

El polímero no reticulado puede ser generalmente cualquiera conocido en la técnica, en particular capaz de servir como aglutinante. Por ejemplo, tal polímero puede ser una poliolefina (por ejemplo, polietileno, polipropileno), un poliéster (por ejemplo, poli(tereftalato de etileno), poli(ácido láctico)), una poliamida, un poliestireno (por ejemplo, acrilonitrilo-butadieno-estireno), un poliacrilato (o poliacrílico), un poli(alcohol vinílico), un policarbonato (por ejemplo, poli(carbonato de propileno), poli(carbonato de etileno)), un polioximetileno, una poli(éter cetona), un poli(sulfuro de

arileno) (por ejemplo, poli(sulfuro de fenileno)), una polisulfona (por ejemplo, poli(éter sulfona)), poliimida, poli(óxido de fenileno), un politetrafluoroetileno, una celulosa (por ejemplo, una nitrocelulosa), etc. En particular, el polímero no reticulado puede ser un polímero de acrilato o un copolímero del mismo (es decir, un poli(acrilato)), un polímero de estireno o un copolímero del mismo (es decir, un poliestireno), o una mezcla de los mismos.

5 Tal como se indicó anteriormente, en una realización, el polímero no reticulado puede ser un polímero de acrilato o un copolímero del mismo. En una realización particular, la resina no reticulada puede ser un copolímero de acrilato. El polímero de acrilato puede ser uno derivado de ácido acrílico, ácido metacrílico o una combinación de los mismos. Por ejemplo, el monómero de acrilato incluye, pero no se limita a, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de n-propilo, acrilato de i-propilo, acrilato de n-butilo, acrilato de s-butilo, acrilato de i-butilo, acrilato de t-butilo, acrilato de n-amilo, acrilato de i-amilo, acrilato de isobornilo, acrilato de n-hexilo, acrilato de 2-etilbutilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de n-octilo, acrilato de n-decilo, acrilato de metilciclohexilo, acrilato de ciclopentilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de 2-hidroxi-etilo, metacrilato de n-propilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de i-propilo, metacrilato de i-butilo, metacrilato de n-amilo, metacrilato de n-hexilo, metacrilato de i-amilo, metacrilato de s-butilo, metacrilato de t-butilo, metacrilato de 2-etilbutilo, metacrilato de metilciclohexilo, metacrilato de cinamilo, metacrilato de crotilo, metacrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclopentilo, metacrilato de 2-etoxietilo, metacrilato de isobornilo, etc., así como combinaciones de los mismos.

20 Además, cuando se forma el copolímero, el comonómero no está necesariamente limitado. El comonómero puede ser cualquier comonómero generalmente empleado en la técnica y en particular cualquier monómero usado para formar los polímeros termoplásticos no reticulados mencionados anteriormente. En una realización particular, el comonómero puede ser un acrilonitrilo, un estireno, un butadieno, una acrilamida, un acetato de vinilo, un monómero de epóxido, una maleimida, un monómero de hidrato de carbono, un acrílico fluorado, etc., o una combinación de los mismos. En una realización adicional, el comonómero puede ser un acrilonitrilo, un estireno o una combinación de los mismos. En una realización, los comonómeros incluyen tanto un acrilonitrilo como un estireno.

30 Tal como se indicó anteriormente, el polímero no reticulado puede ser un polímero de estireno o un copolímero del mismo. El estireno puede ser cualquier tipo de monómero de estireno generalmente empleado en la técnica. Por ejemplo, el monómero de estireno puede incluir aquellos con grupos sustituyentes presentes en el hidrocarburo aromático. Además, cuando se forma el copolímero, el comonómero no está necesariamente limitado. El comonómero puede ser cualquier comonómero generalmente empleado en la técnica y en particular cualquier monómero usado para formar los polímeros termoplásticos no reticulados mencionados anteriormente. En particular, el comonómero puede ser un acrilato (tal como se mencionó anteriormente), un acrilonitrilo, un butadieno, etc., o una combinación de los mismos. En una realización, el comonómero puede ser un acrilato (tal como se mencionó anteriormente), un acrilonitrilo o una combinación de los mismos. En una realización adicional, los comonómeros pueden incluir tanto un acrilato (tal como se mencionó anteriormente) como un acrilonitrilo.

40 Cuando está presente, tal polímero no reticulado puede estar presente en la formulación de recubrimiento con los compuestos polimerizables mencionados anteriormente de la red interpenetrada. Con respecto a esto, como tal polímero no está reticulado, puede permitir que los compuestos polimerizables reaccionen alrededor de las cadenas poliméricas formando así una red semi-interpenetrada polimérica. Sin pretender estar limitado por la teoría, tal polímero puede proporcionar una viscosidad deseable utilizada para el procedimiento de recubrimiento. Además, podría ayudar a reducir cualquier burbuja y/o defecto generado por los compuestos polimerizables.

45 iii. Aditivos adicionales

El recubrimiento también puede incluir cualquier número de aditivos tal como se conoce generalmente en la técnica. En general, estos aditivos pueden añadirse a la formulación de recubrimiento que contiene los compuestos polimerizables. Con respecto a esto, los aditivos pueden estar presentes durante la polimerización y/o la reticulación de los compuestos polimerizables y la resina. En algunos casos, los aditivos pueden formar enlaces covalentes con los compuestos polimerizables y/o una resina.

55 Tal como se indica en el presente documento, el recubrimiento puede incluir al menos un colorante. Por ejemplo, el colorante puede incluir un pigmento, un tinte o una combinación de los mismos. Por ejemplo, el colorante puede ser un pigmento inorgánico (por ejemplo, pigmentos metálicos, pigmentos blancos, pigmentos negros, pigmentos verdes, pigmentos rojos/naranjas/amarillos, etc.), un colorante fluorescente o una combinación de los mismos. El colorante puede emplearse para proporcionar un determinado color al sustrato de vidrio y/o el recubrimiento.

60 Tal como se indica en el presente documento, el recubrimiento puede incluir al menos un estabilizador frente a la luz. Por ejemplo, el estabilizador frente a la luz puede comprender un absorbente de rayos UV (por ejemplo, benzofenonas, benzotriazoles, triazinas y combinaciones de los mismos), una amina impedida o una combinación de los mismos. En general, pueden emplearse absorbentes de rayos UV en el recubrimiento para absorber la energía de la luz ultravioleta. Mientras tanto, pueden emplearse estabilizadores frente a la luz de amina impedida en el recubrimiento para inhibir la degradación de las resinas y el recubrimiento proporcionando de ese modo estabilidad del color y extendiendo su durabilidad. Como resultado, en algunas realizaciones, puede emplearse una combinación de un absorbente de rayos UV y un estabilizador frente a la luz de amina impedida.

Tal como se indica en el presente documento, el recubrimiento puede contener al menos un estabilizador frente a la luz de amina impedida ("HALS"). Los compuestos de HALS adecuados pueden ser compuestos a base de piperidina. Independientemente del compuesto del que se derive, la amina impedida puede ser un compuesto oligomérico o polimérico. El compuesto puede tener un peso molecular promedio en número de aproximadamente 1.000 o más, en algunas realizaciones desde aproximadamente 1.000 hasta aproximadamente 20.000, en algunas realizaciones desde aproximadamente 1.500 hasta aproximadamente 15.000, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 2.000 hasta aproximadamente 5.000. Además de las aminas impedidas de alto peso molecular, también pueden emplearse aminas impedidas de bajo peso molecular. Tales aminas impedidas son generalmente de naturaleza monomérica y tienen un peso molecular de aproximadamente 1.000 o menos, en algunas realizaciones desde aproximadamente 155 hasta aproximadamente 800, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 300 hasta aproximadamente 800.

Además, el estabilizador frente a la luz puede ser un estabilizador frente a la luz polimerizable. Con respecto a esto, el estabilizador frente a la luz polimerizable puede unirse directamente a una resina, tal como una resina en el aglutinante. Tal unión puede proporcionar el beneficio de minimizar o eliminar la movilidad del estabilizador frente a la luz. Tales estabilizadores frente a la luz pueden reaccionar simplemente a través de un grupo funcional con un grupo funcional de una resina durante el curado. Estos estabilizadores frente a la luz polimerizables pueden contener un doble enlace carbono-carbono, un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo éster activo y/o un grupo amina que permite que el estabilizador frente a la luz se una covalentemente con las resinas. En esencia, el estabilizador frente a la luz formaría parte de la estructura principal de la resina, ya sea en una parte intermedia de la resina o en una parte terminal de la resina. De manera adecuada, el estabilizador frente a la luz está presente en una parte intermedia de la resina.

La formulación de recubrimiento puede contener un tensioactivo. El tensioactivo puede ser un tensioactivo aniónico, un tensioactivo catiónico y/o un tensioactivo no iónico. Por ejemplo, en una realización, el tensioactivo puede ser un tensioactivo no iónico. El tensioactivo no iónico puede ser un tensioactivo etoxilado, un tensioactivo propoxilado, un tensioactivo etoxilado/propoxilado, poli(óxido de etileno), un oleato (por ejemplo, monooleato de sorbitano, etc.), éster de ácido graso o derivado del mismo, un glucósido de alquilo, un alcanato de sorbitano o un derivado del mismo, una combinación de los mismos, etc. Cuando se emplean, los tensioactivos constituyen normalmente desde aproximadamente el 0,001% en peso hasta aproximadamente el 2% en peso, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,005% en peso hasta aproximadamente el 1% en peso, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,01% en peso hasta aproximadamente el 0,5% en peso de la formulación, y en algunas realizaciones desde aproximadamente el 0,1% en peso hasta aproximadamente el 0,25% en peso.

La formulación de recubrimiento también puede contener uno o más disolventes orgánicos. Puede ser adecuado cualquier disolvente capaz de dispersar o disolver los componentes, tal como los alcoholes (por ejemplo, etanol o metanol); dimetilformamida, dimetilsulfóxido, hidrocarburos (por ejemplo, pentano, butano, heptano, hexano, tolueno y xileno), éteres (por ejemplo, dietil éter y tetrahidrofurano), cetonas y aldehídos (por ejemplo, acetona y metil etil cetona), ácidos (por ejemplo, ácido acético y ácido fórmico), y disolventes halogenados (por ejemplo, diclorometano y tetracloruro de carbono), etc. La formulación de recubrimiento también puede contener agua. Aunque la concentración real de disolventes empleados dependerá generalmente de los componentes de la formulación y el sustrato sobre el que se aplica, no obstante, normalmente están presentes en una cantidad de desde aproximadamente el 1% en peso hasta aproximadamente el 40% en peso, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 5% en peso hasta aproximadamente el 35% en peso y, en algunas realizaciones desde aproximadamente el 10% en peso hasta aproximadamente el 30 % en peso de la formulación (antes del secado).

Además, pueden emplearse otros aditivos para facilitar la dispersión de los componentes y/o ayudar en la formación del recubrimiento. Por ejemplo, la formulación de recubrimiento puede contener un iniciador y/o un catalizador, tal como un catalizador ácido. Los ejemplos de tales catalizadores ácidos pueden incluir, por ejemplo, ácido acético, ácido sulfónico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido malónico, ácido glutárico, ácido fosfórico, etc., así como combinaciones de los mismos. Además, el iniciador puede ser un fotoiniciador que permita la polimerización de un compuesto polimerizable, tal como un acrilato.

C. Procedimiento

En general, puede emplearse una variedad de técnicas diferentes para formar el recubrimiento. Como solo un ejemplo, se aplica una formulación de recubrimiento que comprende una frita de vidrio a una superficie del sustrato de vidrio. La formulación de recubrimiento también contiene el aglutinante que incluye compuestos polimerizables (por ejemplo, monómeros, oligómeros y/o prepolímeros). Cuando está presente, la formulación de recubrimiento también puede incluir el polímero no reticulado mencionado anteriormente.

Una vez aplicada al sustrato, la formulación de recubrimiento puede calentarse para formar la capa de recubrimiento y luego curarse para formar la capa de recubrimiento. Durante o antes de la etapa de calentamiento, pueden emplearse técnicas para polimerizar los compuestos polimerizables. Tales técnicas pueden incluir la exposición a la radiación UV. Con respecto a esto, la combinación de radiación UV y calentamiento puede permitir la formación de

una red interpenetrada. Alternativamente, si se emplean los alcóxidos mencionados anteriormente, el calentamiento puede permitir la hidrólisis y la condensación de la red polimérica que contiene los alcóxidos de silicio (por ejemplo, ortosilicato de tetraetilo) y cualquier otro alcóxido.

5 Las técnicas de aplicación adecuadas para aplicar la formulación de recubrimiento al sustrato de vidrio pueden implicar, por ejemplo, recubrimiento por inmersión, recubrimiento por goteo, recubrimiento en barra, recubrimiento por boquilla de ranura, recubrimiento por cortina, recubrimiento por rodillo, recubrimiento por pulverización, impresión, etc. La viscosidad cinemática de la formulación puede ajustarse en función de la aplicación particular empleada. Normalmente, sin embargo, la viscosidad cinemática de la formulación es aproximadamente 450
10 centistokes o menos, en algunas realizaciones desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 400 centistokes, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 100 hasta aproximadamente 300 centistokes, según se determina con una copa Zahn (n.º 3), donde la viscosidad cinemática es igual a $11,7(t-7,5)$, donde t es el tiempo de eflujo (en segundos) medido durante la prueba. Si se desea, pueden añadirse modificadores de la viscosidad (por ejemplo, xileno) a la formulación para lograr la viscosidad deseada.

15 Una vez aplicada, la formulación de recubrimiento puede polimerizarse para formar la red interpenetrada. El método de polimerización puede ser cualquiera de los generalmente conocidos en la técnica. Por ejemplo, la polimerización puede ser a través radiación UV, calentamiento o una combinación de los mismos. En una realización, sólo puede emplearse calentamiento. En una realización, pueden emplearse tanto la radiación UV como el calentamiento para
20 polimerizar los diversos compuestos. Por ejemplo, puede emplearse radiación UV para polimerizar cualquier compuesto de acrilato. Mientras tanto, puede emplearse calentamiento para formar el poliol y el polisiloxano reticulados. Tal calentamiento y exposición a los rayos UV pueden ser simultáneos. Alternativamente, el calentamiento puede realizarse en primer lugar y puede seguir la luz ultravioleta. O bien, la exposición a los rayos UV puede ser lo primero y puede seguir el calentamiento.

25 La formulación de recubrimiento puede calentarse para polimerizar y curar los compuestos polimerizables. Por ejemplo, la formulación de recubrimiento puede curarse a una temperatura de desde aproximadamente 50°C hasta aproximadamente 350°C, en algunas realizaciones desde aproximadamente 75°C hasta aproximadamente 325°C, en algunas realizaciones desde aproximadamente 100°C hasta aproximadamente 300°C, en algunas realizaciones desde aproximadamente 150°C hasta aproximadamente 300°C, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 200°C hasta aproximadamente 300°C durante un periodo de tiempo que oscila entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 100 minutos, en algunas realizaciones entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 50 minutos, en algunas realizaciones entre aproximadamente 1 y aproximadamente 40 minutos, y en algunas realizaciones entre aproximadamente 2 y aproximadamente 15 minutos. El curado puede producirse en una o múltiples etapas. Si se desea, la formulación de recubrimiento también puede secarse opcionalmente antes el curado para eliminar el disolvente de la formulación. Una etapa previa al secado de este tipo puede producirse, por ejemplo, a una temperatura de desde aproximadamente 20°C hasta aproximadamente 150°C, en algunas realizaciones desde aproximadamente 30°C hasta aproximadamente 125°C, y en algunas realizaciones desde aproximadamente 40°C hasta aproximadamente 100°C.

40 Además del calentamiento, tal como se indicó anteriormente, también pueden utilizarse otras técnicas para polimerizar los compuestos. Por ejemplo, con la presencia de iniciadores, puede emplearse luz UV para polimerizar los compuestos.

45 La exposición a rayos UV puede llevarse a cabo a una intensidad y un periodo de tiempo que permita una polimerización suficiente dependiendo de los tipos de monómeros. Por ejemplo, para determinados acrilatos, debe ser suficiente una exposición a rayos UV a una intensidad de aproximadamente 15 mW/cm² o más, tal como aproximadamente 20 mW/cm² o más, tal como aproximadamente 25 mW/cm² o más, tal como aproximadamente 30 mW/cm² o más durante un periodo de tiempo que oscila entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 100 minutos, en algunas realizaciones entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 50 minutos, en algunas realizaciones entre aproximadamente 1 y aproximadamente 10 minutos. En una realización, la exposición a rayos UV puede ser de desde 25 hasta 30 mW/cm² durante un periodo de 5 minutos. Además, la exposición a rayos UV puede realizarse en una atmósfera inerte. Por ejemplo, la exposición puede realizarse en presencia de gas de argón o gas de nitrógeno.
50 En una realización particular, la exposición a rayos UV se realiza en presencia de gas de nitrógeno.

55 Si se desea, el artículo de vidrio también puede someterse a un tratamiento térmico adicional (por ejemplo, templado, curvado por calor, etc.) para mejorar aún más las propiedades del artículo. El tratamiento térmico (o templado) puede producirse, por ejemplo, a una temperatura de desde aproximadamente 500°C hasta aproximadamente 800°C y, en algunas realizaciones desde aproximadamente 550°C hasta aproximadamente 750°C. El artículo de vidrio también puede someterse a un procedimiento de enfriamiento a alta presión llamado "temple". Durante este procedimiento, el aire a alta presión golpea la superficie del artículo de vidrio desde una serie de boquillas en diferentes posiciones. El temple enfría las superficies exteriores del vidrio mucho más rápido que el centro. A medida que el centro del vidrio se enfría, trata de retirarse de las superficies exteriores. Como resultado, el centro permanece en tensión y las superficies exteriores se comprimen, lo que le da al vidrio templado su
60 resistencia.
65

El recubrimiento curado y/o templado puede tener un grosor de aproximadamente 1 micrómetro o más, tal como aproximadamente 5 micrómetros o más, tal como aproximadamente 10 micrómetros o más, tal como aproximadamente 15 micrómetros o más, tal como aproximadamente 25 micrómetros o más, tal como aproximadamente 50 micrómetros o más, tal como aproximadamente 75 micrómetros o más a aproximadamente 500 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 250 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 150 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 100 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 75 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 60 micrómetros o menos, tal como aproximadamente 50 micrómetros o menos. Los presentes inventores han descubierto que pueden proporcionarse recubrimientos más delgados con el presente aglutinante y propiedades comparables o incluso mejores en comparación con los recubrimientos que contienen sólo uno o dos aglutinantes. Sin embargo, debe entenderse que el grosor del recubrimiento no está limitado necesariamente por la presente invención.

Aunque las realizaciones de la presente divulgación se han discutido en general, la presente divulgación puede entenderse mejor mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Métodos de ensayo

Grosor del recubrimiento: se elimina la capa recubierta de vidrio tal como se recubre con una cuchilla. La altura de paso del recubrimiento se observa usando un perfilómetro. Los datos son un promedio medido a partir de tres puntos en diferentes posiciones.

Rugosidad: se investiga la topografía mediante perfilómetro (T-7, KLA-Tencor). El área de barrido es de 5000 μm x 5000 μm . La velocidad de barrido es de 20 $\mu\text{m/s}$. La fuerza de la aguja sobre la superficie es de 5 mg y el número de barridos es de 30. La rugosidad de la superficie se caracteriza cuantitativamente midiendo la rugosidad promedio aritmética, R_a , y la rugosidad cuadrática media, R_m . Los parámetros de rugosidad son válidos para un área de muestreo rectangular M x N con las direcciones laterales x e y, y la dirección vertical z.

Contenido orgánico: se analiza el contenido orgánico dentro del recubrimiento del vidrio tal como se recubre calcinando polvo (0,3-0,5 gramos) raspado del vidrio tal como se recubre. Se calina el polvo a 650°C durante 30 minutos. Se calcula el porcentaje de compuesto orgánico calcinado.

Adhesión de trama cruzada: se determina la adhesión de trama cruzada según la norma ASTM D3359-09. Para la prueba, se hacen cortes separados por una determinada distancia en el recubrimiento dependiendo del grosor del recubrimiento. De manera adicional, también se realizan cortes de intersección. Se coloca la cinta en el área de la cuadrícula y aproximadamente 90 segundos después de la aplicación, se retira la cinta tirando de ella rápidamente en un ángulo lo más cercano posible a 180°. Se inspecciona el área de la cuadrícula para retirar el recubrimiento del sustrato. Las clasificaciones van desde 0B hasta 5B donde 5B indica que ninguno de los cuadrados de la red está desprendido. Un valor de menos de 3B es indicativo de un fallo.

Resistencia a los disolventes: la capacidad de una superficie para resistir a los disolventes puede determinarse según la norma ASTM D5402-15 usando un solvente MEK (metil etil cetona). Más particularmente, se frota la superficie con un paño 300 veces usando un paño que contiene el disolvente MEK. Un valor de menos de 100 es indicativo de un fallo.

Dureza Hoffman: se evalúa la resistencia mecánica del vidrio tal como se recubre mediante la dureza Hoffman usando un medidor Gardner de BYK con una adición de peso de 10 g. Un valor de menos de 10 es indicativo de un fallo. La prueba puede realizarse según la norma GE E50TF61.

Resistencia a la tracción de perno: la fuerza adhesiva del recubrimiento puede evaluarse midiendo la resistencia a la tracción de perno. La superficie de recubrimiento se sopla con gas de nitrógeno. Se pule una plataforma móvil de aluminio con un diámetro de 20 mm con papel de lija (n.º 100). Se pulveriza una mezcla de compuesto de organocobre/condensado de aldehído-amina (Loctite 736) sobre la superficie del recubrimiento y un perno de aluminio. Después de 5 minutos, se añade un adhesivo acrílico (312) a la superficie del perno de aluminio y se pega a la superficie del recubrimiento con presión hasta lograr una adhesión sólida. Se colocan el perno de aluminio pegado y el vidrio a temperatura ambiente durante 3 horas. Un dispositivo PosiTest AT tira de la plataforma móvil una velocidad de tracción de 30 psi/s. La fuerza adhesiva se mide mediante el dispositivo PosiTest AT. Una fuerza de menos de 450 psi se considera un fallo.

Resistencia a la corrosión: la capacidad de una superficie para resistir la corrosión puede determinarse según la norma ASTM B368-09 (2014), que se conoce como prueba de pulverización (niebla) de sal y ácido acético acelerada con cobre (prueba "CASS"). Durante esta prueba, se someten las muestras a una niebla de sal que contiene iones de cobre cargados y luego se examinan para determinar el cambio de color después de 120 horas de exposición usando el método descrito anteriormente.

5 Cambio de color: el cambio de color de una superficie puede determinarse usando valores conocidos como "ΔE" y "ΔC", que se entienden bien en la técnica y pueden determinarse según la norma ASTM 2244-16. ΔE puede, por ejemplo, corresponder a la escala CIE LAB L*, a*, b*, donde L* son las unidades de luminosidad (CIE 1976); a* son las unidades rojo-verde (CIE 1976); b* son las unidades amarillo-azul (CIE 1976). Para esta escala, la distancia entre L*₀ a*₀ b*₀ y L*₁ a*₁ b*₁ es: $\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$, donde $\Delta L^* = L^*_1 - L^*_0$; $\Delta a^* = a^*_1 - a^*_0$; $\Delta b^* = b^*_1 - b^*_0$; el subíndice "0" representa el color inicial del artículo y el subíndice "1" representa el color del artículo después de un cambio en las condiciones (por ejemplo, pruebas CASS); y los números empleados (por ejemplo, a*, b*, L*) son los calculados mediante dicha técnica de coordenadas (CIE LAB 1976) L*, a*, b* anterior. Además, ΔC = $[(\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$. Cuando se miden los valores ΔE o ΔC del lado del recubrimiento, se usan los valores a*, b* y L* del lado del recubrimiento. Asimismo, cuando se miden los valores ΔE o ΔC del lado del vidrio, se usan los valores a*, b* y L* del lado del vidrio.

15 Resistencia a ácidos/bases: la capacidad de una superficie para resistir a ácidos/bases puede determinarse remojando una muestra o bien en una disolución de HCl al 2% en peso o bien en una disolución de NaOH al 4% en peso durante un periodo de tiempo de aproximadamente 180 minutos. El ángulo de contacto con el agua puede medirse en diversos puntos durante la prueba (por ejemplo, después de 30, 60 ó 180 minutos) para someter a prueba la resistencia de la superficie.

20 Densidad óptica ("jetness"): se evalúa la densidad óptica del recubrimiento usando datos ópticos, valores L*, a* y b*. Se calcula la densidad óptica usando la siguiente ecuación: Densidad óptica = $100[\log(92,96/(X10/D65)) + \log(98,23/(Y10/D65)) - \log(106,28/(Z10/D65))]$. Los valores X10/D65, Y10/D65 y Z10/D65 son datos medidos por el instrumento óptico Hunter e indican el cambio de color de una muestra en los ejes X, Y y Z cuando la luz incidente es de 10 grados y la luz de laminación es luz del día. La densidad óptica se mide generalmente para vidrio templado.

25 Opacidad: se evalúa la opacidad usando un instrumento Perkin-Elmer (PE950). En particular, el lado recubierto está orientado hacia la unidad esférica del instrumento.

30 Rugosidad: se investiga la topografía mediante perfilómetro en un área de barrido de 5.000 micrómetros por 5.000 micrómetros y una velocidad de barrido de 20 micrómetros/segundo. La fuerza de la aguja sobre la superficie es de 5 mg y el número de barridos es de 30. La rugosidad de la superficie se caracteriza cuantitativamente midiendo la rugosidad promedio aritmética y la rugosidad cuadrática media.

35 Prueba de la cámara de condensador: se fijan el vidrio tal como se recubre y el vidrio templado en la cámara a 45°C y con el 100% de humedad durante 21 días. Se miden L*, a* y b* antes y después de la prueba con un dispositivo Hunter Pro X (modo RSEX). Tanto ΔE como ΔC deben ser de menos de 2 para pasar la prueba. Mientras tanto, se investiga la fuerza adhesiva de la capa recubierta después de la prueba mediante trama cruzada y no puede retirarse más del 15% de la película para pasar la prueba.

40 Prueba en cámara de alta temperatura/humedad: se coloca el vidrio en una cámara a 85°C y con el 85% de humedad durante 5 días. Se miden L*, a* y b* antes y después de la prueba con un dispositivo Hunter Pro X (modo RSEX). Tanto ΔE como ΔC deben ser de menos de 2 para pasar la prueba. Mientras tanto, se investiga la fuerza adhesiva de la capa recubierta después de la prueba mediante trama cruzada y no puede retirarse más del 15% de la película para pasar la prueba.

45 Prueba de cepillado: la prueba de cepillado se basa en el procedimiento de TP-208-A (Guardian). Se monta un vidrio de 2" x 8" en un baño de prueba con cepillado lleno de agua desionizada. El número de ciclos de cepillado es de 500. Se observa la superficie del vidrio con un microscopio después de la prueba de cepillado. Se evalúan los cambios de Tvis%, Tuv% y H% por ΔTvis%, ΔTuv% y ΔH% calculados antes y después de la prueba de cepillado

50 Prueba de disolución de amonio: se remoja el vidrio en una disolución de amonio (al 10% en volumen) durante 3 días a temperatura ambiente. Se retira el vidrio de la disolución, se lava con agua desionizada y se seca con gas de N₂. Se evalúa la estabilidad de la película por ΔTvis% y ΔTuv% medidos restando Tvis% y Tuv% del vidrio antes y después de la prueba.

60 Ángulo de contacto con el agua: el ángulo de contacto con el agua puede medirse con un instrumento de ángulo de contacto (FTA 135) a temperatura ambiente. Se humedece una gota sésil de agua desionizada (aproximadamente 2,3 microlitros) sobre la superficie y se mide inmediatamente el ángulo de contacto. Los datos son el promedio de tres puntos en el vidrio. El cálculo del ángulo de contacto se realiza mediante software.

65 Calorimetría diferencial de barrido: se colocan 50 mg de frita de vidrio en una bandeja de cerámica del instrumento de DSC (sistema DSC 1 Star de Mettler Toledo). El gas de trabajo de la prueba de DSC es nitrógeno y el intervalo de temperatura sometido a prueba se calienta desde 40°C hasta 700°C con una velocidad de calentamiento de 10°C/min, luego se enfría desde 700°C hasta 40°C con 10°C/min.

Microscopía electrónica de barrido: se observan las morfologías del vidrio templado mediante un dispositivo SEM de emisión de campo Hitachi S4800. La distancia de trabajo es de 4,0 mm y 6,7 mm para imágenes con superficie superior y posición girada (45 grados). Hay una capa recubierta de tungsteno con un grosor de 5 a 10 nm en la superficie de las muestras. El voltaje de aceleración es de 5 kV.

Aceite de corte: se coloca una muestra en aceite mineral a temperatura ambiente durante 1 día. Una vez retirado, se miden L^* , a^* y b^* de la muestra antes y después de la prueba y se calculan ΔE y ΔC . Se evalúa la fuerza adhesiva de la capa recubierta mediante una prueba de trama cruzada. Se considerará que una muestra ha pasado si ambos valores delta son de menos de 1 y la trama cruzada es igual o mayor que 3B.

Prueba de ultrasonidos: se sumerge una muestra con un tamaño de 4 pulgadas por 8 pulgadas en agua desionizada y se expone a ultrasonidos durante 60 minutos a temperatura ambiente. Si no hay daños en la capa recubierta, se considera que las muestras han pasado.

Prueba de permanencia térmica: se coloca vidrio "tal como se recubre" en un horno a 60°C durante 7 días. Se miden L^* , a^* y b^* de la muestra antes y después de la prueba y se calculan ΔE y ΔC . Se evalúa la fuerza adhesiva de la capa recubierta mediante una prueba de trama cruzada. Se considerará que una muestra ha pasado si ambos valores delta son de menos de 1 y la trama cruzada es igual o mayor que 3B.

Prueba de estabilidad térmica: se coloca vidrio templado en un horno a 65°C durante 16 minutos. Se miden L^* , a^* y b^* de la muestra antes y después de la prueba y se calculan ΔE y ΔC . Se considerará que una muestra ha pasado si ambos valores delta son de menos de 1.

EJEMPLO 1

Se aplicó una formulación de recubrimiento que contenía una frita de vidrio que incluía un aglutinante no reticulado y compuestos polimerizables para la formación de una red interpenetrada polimérica a una superficie de un sustrato de vidrio.

El aglutinante polimérico comprende tres partes: el primer aglutinante proviene de una resina de melamina-poliol, el segundo aglutinante proviene de silano y el último aglutinante proviene de acrilato epoxídico. La formulación de aglutinante puede prepararse añadiendo la melamina-formaldehído, el oligómero de acrilato epoxídico, el triacrilato de trimetilolpropano etoxilado y polioliol a un frasco de vidrio de 100 ml. Luego, pueden añadirse por separado xileno y butanol. Finalmente, se añaden la disolución de silano y ácido p-toluenosulfúrico [SIC]. Se mezcla la disolución mediante una barra de agitación durante 1 hora a temperatura ambiente. Se proporciona la formulación de aglutinante en la tabla a continuación.

Prod. quím. (421-81-3)	Cant.
Melamina-formaldehído (g)	2,5
Oligómero de acrilato epoxídico (g)	21,25
Poliol (g)	1,25
Ácido p-toluenosulfúrico [SIC] (g)	0,1
Xileno (ml)	5
Butanol (ml)	5
Triacrilato de trimetilolpropano etoxilado (g)	2
Total	37,1
Disolución de silano (421-37-1)	37,1

Se prepara la disolución de silano mencionada anteriormente mediante la formulación en la tabla a continuación y el procedimiento es tal como sigue. A un frasco de vidrio de 100 ml, se añaden por separado n-propanol y n-butanol junto con el agua desionizada. Se mezcla la disolución a temperatura ambiente. Luego, a este frasco de vidrio, se le añaden posteriormente 3-glicidoxiporiltrimetoxisilano [SIC], feniltrietoxisilano, hexiltrimetilsilano y tetraetoxisilano. Finalmente, se añade el IPA-ST-UP y se mezcla inmediatamente la disolución mediante una barra de agitación después de añadir ácido acético. Se agita adicionalmente la disolución a temperatura ambiente durante 24 horas antes de su uso.

Prod. quím. (421-37-1)	P.M. (g/mol)	Peso, g
n-propanol	60,09	22,10
n-butanol	74,12	12,66

Agua desionizada	18,00	3,41
3-Glicidoxipropiltrimetoxisilano (~99%)	236,34	22,83
Feniltriethoxisilano (100%)	240,40	0,67
Hexiltrimetilsilano (100%)	206,35	0,67
Tetraethoxisilano (100%)	208,33	1,33
Sílice coloidal en alcohol isopropílico (IPA-ST-UP) ,~15% de nanopartículas	-	21,33
Ácido acético	60,05	0,40
Total	-	85,46

Se preparan las formulaciones mezclando el aglutinante con la cantidad apropiada de pintura blanca de Fenzi. La pintura blanca de Fenzi incluía un polímero de acrilonitrilo-estireno-acrilato en el que el acrilato incluía metacrilato de metilo y metacrilato de etilo.

- 5 En la formación de la formulación, se combinan la pintura blanca y el aglutinante de laboratorio y luego se mezcla la disolución mediante un molino de bolas durante 0,5 horas.

Prod. quím.	Control		Esmalte mixto de control de Fenzi y aglutinante de laboratorio				
	424-75-1	424-71-5	424-75-2	424-75-3	424-75-4	424-78-1	424-78-2
Pintura blanca de Fenzi (g)	20	20	19,5	19	18	18	19
Aglutinante (421-81-3), ml	0	0	0,5	1	2	2	1
% en peso de aglutinante	0	0	2,3	4,6	9,2	9,2	4,6

- 10 Se prepara vidrio "tal como se recubre" usando un vidrio con un tamaño de 8"x12" y un grosor de 4 mm. Se lava el vidrio en un 1% de disolución de CeO₂ y se aclara en agua del grifo. Luego, se lava el vidrio con jabón y se aclara a fondo con agua desionizada. Finalmente, se seca el vidrio mediante gas de N₂. Se recubre el vidrio usando una máquina de recubrimiento (BYK) y se coloca una barra Bird con tamaños de 3 mil en frente del vidrio. Se ajusta la velocidad de recubrimiento a 100 mm/s. Se mueve inmediatamente el vidrio recubierto al horno para curarlo a 260°C
- 15 durante 24 min para crear un vidrio "tal como se recubre". El vidrio "tal como se recubre" debe demostrar determinada resistencia en verde y puede fabricarse adicionalmente sin daño en la superficie. Finalmente, se calienta el vidrio "tal como se recubre" en el horno a 680°C durante 14 min para elaborar vidrio templado. El vidrio templado debe mostrar excelente fuerza adhesiva y resistencia mecánica. Durante el procedimiento de templado, las fritas de vidrio se fusionarán y adherirán fuertemente sobre la placa de vidrio.

- 20 Una vez formado, se observó el vidrio templado bajo SEM. En particular, se analizó una sección transversal y se observó una estructura porosa que tenía un tamaño de poro de desde 0,1 hasta 10 micrómetros, tal como desde 0,5 hasta 7 micrómetros, tal como desde 1 hasta 5 micrómetros. Además, también se observaron canales.

- 25 Además, se determinaron el contenido orgánico y las propiedades mecánicas del recubrimiento, cuyos resultados se proporcionan en la tabla a continuación.

Prod. quím.	Control		Esmalte mixto de control de Fenzi y aglutinante de laboratorio				
	424-75-1	424-71-5	424-75-2	424-75-3	424-75-4	424-78-1	424-78-2
Aglutinante de laboratorio, % en peso	0	0	2,3	4,6	9,2	4,6	9,2
Cont. orgán., % en peso	6,9	9,17	8,78	10,05	12,09	10,12	12,69
Grosor (µm)	65,6	71,7	77,5	66,36	71,59	61,5	59,8
Trama cruzada	2B-3B	2B	3B	3B	4B	4B	4B
Tracción de perno (psi)	262	142	461	585	1220	527	1017
Hoffman	15	6	17	>20	>20	16	17

ES 2 919 473 T3

Fricción con MEK	-100	15	-100	-100	>500	>100	>300
% de opacidad*	8,03	-	-	-	-	5,21	8,09

En este ejemplo, se observó un rendimiento mejorado usando el aglutinante de laboratorio para formar la red interpenetrada. Esto permitió una mejora en la resistencia química. Además, el silano hidrolizado puede unirse de manera eficaz a la superficie del vidrio a través de los grupos hidroxilo mediante lo cual la fuerza adhesiva del vidrio, en particular el vidrio "tal como se recubre", pudo mejorarse tal como se indica mediante los datos de tracción de perno. Además, las propiedades antiralladuras de la capa recubierta pudieron mejorarse tal como se indica mediante las pruebas de Hoffman.

EJEMPLO 2

Se aplicó una formulación de recubrimiento que contenía una frita de vidrio que incluía un aglutinante no reticulado y compuestos polimerizables para la formación de una red interpenetrada polimérica a una superficie de un sustrato de vidrio.

El aglutinante polimérico comprende tres partes: el primer aglutinante proviene de una resina de melamina-poliol, el segundo aglutinante proviene de silano y el último aglutinante proviene de acrilato epoxídico. La formulación de aglutinante puede prepararse añadiendo la melamina-formaldehído, el oligómero de acrilato epoxídico, el triacrilato de trimetilpropano etoxilado y polioliol a un frasco de vidrio de 100 ml. Luego, pueden añadirse por separado el xileno y butanol. Finalmente, se añaden la disolución de silano y ácido p-toluenosulfúrico [SIC]. Se mezcla la disolución mediante una barra de agitación durante 1 hora a temperatura ambiente. Se proporciona la formulación de aglutinante en la tabla a continuación.

Prod. quím. (421-81-3)	Cant.
Melamina-formaldehído (g)	2,5
Oligómero de acrilato epoxídico (g)	21,25
Polioliol (g)	1,25
Ácido p-toluenosulfúrico [SIC] (q)	0,1
Xileno (ml)	5
Butanol (ml)	5
Triacrilato de trimetilpropano etoxilado (g)	2
Total	37,1
Disolución de silano (421-37-1)	37,1

Se prepara la disolución de silano mencionada anteriormente mediante la formulación en la tabla a continuación y el procedimiento es tal como sigue. A un frasco de vidrio de 100 ml, se añaden por separado n-propanol y n-butanol junto con el agua desionizada. Se mezcla la disolución a temperatura ambiente. Luego, a este frasco de vidrio, se le añaden posteriormente 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano [SIC], feniltrietoxisilano, hexiltrietoxisilano y tetraetoxisilano. Finalmente, se añade el IPA-ST-UP y se mezcla inmediatamente la disolución mediante una barra de agitación después de añadir ácido acético. Se agita adicionalmente la disolución a temperatura ambiente durante 24 horas antes de su uso.

Prod. quím. (421-37-1)	P.M. (g/mol)	Peso, g
n-propanol	60,09	22,10
n-butanol	74,12	12,66
Agua desionizada	18,00	3,41
3-Glicidoxipropiltrimetoxisilano (~99%)	236,34	22,83
Feniltrietoxisilano (100%)	240,40	0,67
Hexiltrietoxisilano (100%)	206,35	0,67
Tetraetoxisilano (100%)	208,33	1,33
Sílice coloidal en alcohol isopropílico (IPA-ST-UP), ~15% de nanopartículas	-	21,33
Ácido acético	60,05	0,40
Total	-	85,46

ES 2 919 473 T3

Se prepara una suspensión de pigmento negro añadiendo un tensioactivo, PEG 1900, a una mezcla de disolventes de xileno y butanol. Luego, se añade el pigmento (V-7709) (CrCuO₂) y se dispersa la suspensión durante 5 min a temperatura ambiente y se mezcla en un molino de bolas (US Stoneware) durante 3 días. La tabla 1 enumera la formulación de suspensión de pigmento usada en este estudio.

5

Prod. quím. (417-85-5)	peso, g
Xileno	8,6
Butanol	8,1
Pigmento (V-7709)	40
PEG1900	0,7
Total	57,4

Se prepara el aglutinante completo mezclando el aglutinante de laboratorio con el aglutinante de silano y copolímero de poliestireno-metacrilato de metilo que tiene un peso molecular promedio en peso de 150.000 g/mol.

Prod. quím.	Peso, g			
	429-35-1	429-35-2	429-35-4	429-35-3
PSMMA, 20%	8	6	5	4
421-81-3	1	3	4	5
421-37-1	1	1	1	1
peso, g				
PSMMA	1,6	1,2	1	0,8
Aglutinante epoxídico y de melamina	0,72	2,16	2,88	3,6
Silano	0,33	0,33	0,33	0,33
total	2,65	3,69	4,21	4,73
Peso %				
PSMMA	60,38	32,52	23,75	16,91
Aglutinante epoxídico y de melamina	27,17	58,54	68,41	76,11
Silano	12,45	8,94	7,84	6,98
total	100	100	100	100

10

Se prepara el esmalte mezclando el aglutinante con la cantidad apropiada de frita de vidrio y suspensión de pigmento. En particular, se añaden la frita de vidrio y la suspensión de pigmento a un frasco de vidrio. Luego, se añaden el aglutinante ternario y una disolución de iniciador junto con PEG 1900. Se prepara la disolución de iniciador disolviendo 0,25 g de peróxido de benzoilo en 10 ml de xileno. Se tritura el esmalte mediante un molino de bolas (US Stoneware) y se usa [SIC] cinco tipos de aluminio cúbico de medios de clasificación (US Stoneware Brun 050-90). Para la mejor aplicación, el tiempo en el molino de bolas es de al menos 3 días.

15

Prod. quím.	429-42-1	429-42-2	429-42-3	429-59-1	429-59-2	429-59-3
Frita de AGC (ASF-2511C) (g)	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7	15,7
Frita de JM (DT-30851) (g)	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Aglutinante con PSMMA (g)	429-35-1	429-35-2	429-35-3	429-35-4	429-35-4	429-35-4
	6	6	6	4	5	6
Suspensión de pigmento negro (417-85-5) (g)	5	5	5	5	5	5
iniciador, 421-36-7 (ml)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
PEG1900 (g)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Aglutinante sólido cal. (g)	-	-	-	1,89	2,37	2,84

Se prepara vidrio "tal como se recubre" usando un vidrio con un tamaño de 8"x12" y a grosor de 4 mm. Se lava el

vidrio en un 1% de disolución de CeO₂ y se aclara en agua del grifo. Luego, se lava el vidrio con jabón y se aclara a fondo con agua desionizada. Finalmente, se seca el vidrio mediante gas de N₂. Se recubre el vidrio usando una máquina de recubrimiento (BYK) y se coloca una barra Bird con tamaños de 3 mil en frente del vidrio. Se ajusta la velocidad de recubrimiento a 100 mm/s. Se mueve inmediatamente el vidrio recubierto al horno para curarlo a 260°C durante 24 min para crear vidrio “tal como se recubre”. El vidrio “tal como se recubre” debe demostrar determinada resistencia en verde y puede fabricarse adicionalmente sin daño en la superficie. Finalmente, se calienta el vidrio “tal como se recubre” en el horno a 680°C durante 14 min para elaborar vidrio templado. El vidrio templado debe mostrar excelente fuerza adhesiva y resistencia mecánica. Durante el procedimiento de templado, las fritas de vidrio se fusionarán y adherirán fuertemente sobre la placa de vidrio.

También se sometió a prueba el vidrio para determinar el rendimiento mecánico y químico. Los resultados son los siguientes:

	429-59-1	429-59-2	429-59-3
CASS	ΔE - 0,75	ΔE - 0,56	ΔE - 0,49
	ΔC - 0,45	ΔC - 0,43	ΔC - 0,45
	5B	5B	5B
Prueba de cámara de condensador	ΔE - 1,68	ΔE - 1,08	ΔE - 1,58
	ΔC - 0,75	ΔC - 0,68	ΔC - 1,01
	4B	3B	3B
Ángulo de contacto con el agua	99,2	101,975	95,3

Además, se obtuvieron mediciones de la rugosidad de la superficie. Los resultados son los siguientes:

ID	% de resina epoxídica y de melamina	% de PSMMA	Rm, μm	Ra, μm
429-42-1	27,17	60,38	1,605	1,254
429-42-2	58,54	32,52	2,17	1,7
429-42-3	76,11	16,91	3,1	2,37

EJEMPLO 3

Se aplicó una formulación de recubrimiento que contenía una frita de vidrio que incluía un aglutinante no reticulado y compuestos polimerizables para la formación de una red interpenetrada polimérica a una superficie de un sustrato de vidrio.

El aglutinante polimérico comprende tres partes: el primer aglutinante proviene de una resina de melamina-poliol, el segundo aglutinante proviene de silano y el último aglutinante proviene de acrilato epoxídico. La formulación de aglutinante puede prepararse añadiendo la melamina-formaldehído, el oligómero de acrilato epoxídico, el triacrilato de trimetilolpropano etoxilado y poliol a un frasco de vidrio de 100 ml. Luego, pueden añadirse por separado el xileno y butanol. Finalmente, se añaden la disolución de silano y ácido p-toluenosulfúrico [SIC]. Se mezcla la disolución mediante una barra de agitación durante 1 hora a temperatura ambiente. Se proporciona la formulación de aglutinante en la tabla a continuación.

Prod. quím. (421-81-3)	Cant.
Melamina-formaldehído (g)	2,5
Oligómero de acrilato epoxídico (g)	21,25
Poliol (g)	1,25
Ácido p- toluenosulfúrico [SIC] (g)	0,1
Xileno (ml)	5
Butanol (ml)	5
Triacrilato de trimetilolpropano etoxilado (g)	2
Total	37,1
Disolución de silano (421-37-1)	37,1

Se prepara la disolución de silano mencionada anteriormente mediante la formulación en la tabla a continuación y el

ES 2 919 473 T3

- 5 procedimiento es tal como sigue. A un frasco de vidrio de 100 ml, se añaden por separado n-propanol y n-butanol junto con el agua desionizada. Se mezcla la disolución a temperatura ambiente. Luego, a este frasco de vidrio, se le añaden posteriormente 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano [SIC], feniltrietoxisilano, hexiltrimetilsilano y tetraetoxisilano. Finalmente, se añade el IPA-ST-UP y se mezcla inmediatamente la disolución mediante una barra de agitación después de añadir ácido acético. Se agita adicionalmente la disolución a temperatura ambiente durante 24 horas antes de su uso.

Prod. quím. (421-37-1)	P.M. (g/mol)	Peso, g
n-propanol	60,09	22,10
n-butanol	74,12	12,66
Agua desionizada	18,00	3,41
3-Glicidoxipropiltrimetoxisilano (~99%)	236,34	22,83
Feniltrietoxisilano (100%)	240,40	0,67
Hexiltrimetilsilano (100%)	206,35	0,67
Tetraetoxisilano (100%)	208,33	1,33
Sílice coloidal en alcohol isopropílico (IPA-ST-UP) ,-15% de nanopartículas	-	21,33
Ácido acético	60,05	0,40
Total	-	85,46

- 10 Se prepara una suspensión de pigmento negro añadiendo un tensioactivo, PEG 1900, a una mezcla de disolventes de xileno y butanol. Luego, se añade pigmento (V-7709) (CrCuO₂) y se dispersa la suspensión durante 5 min a temperatura ambiente y se mezcla en un molino de bolas (US Stoneware) durante 3 días. La tabla 1 enumera la formulación de suspensión de pigmento usada en este estudio.

Prod. quím. (417-85-5)	peso, g
Xileno	8,6
Butanol	8,1
Pigmento (V-7709)	40
PEG1900	0,7
Total	57,4

- 15 Se prepara el esmalte mezclando el aglutinante con la cantidad apropiada de frita de vidrio y suspensión de pigmento. En particular, se añaden la frita de vidrio y la suspensión de pigmento a un frasco de vidrio. Luego, se añaden el aglutinante ternario y una disolución de iniciador junto con PEG 1900. Se prepara la disolución de iniciador disolviendo 0,25 g de peróxido de benzoilo en 10 ml de xileno. Se tritura el esmalte mediante un molino de bolas (US Stoneware) y se usa [SIC] cinco tipos de aluminio cúbico de medios de clasificación (US Stoneware Brun 20 050-90). Para la mejor aplicación, el tiempo en el molino de bolas es de al menos 3 días.

Prod. quím.	peso, g
Frita de vidrio de Ferro (GAL-56218)	72
Suspensión de pigmento (417-85-5)	22,5
Aglutinante (421-81-3)	27
Iniciador (421-36-7)	0,9
PEG1900	1,12

- 25 Se prepara vidrio "tal como se recubre" usando un vidrio con un tamaño de 8"x12" y un grosor de 4 mm. Se lava el vidrio en un 1% de disolución de CeO₂ y se aclara en agua del grifo. Luego, se lava el vidrio con jabón y se aclara a fondo con agua desionizada. Finalmente, se seca el vidrio mediante gas de N₂. Se recubre el vidrio usando una máquina de recubrimiento (BYK) y se coloca una barra Bird con tamaños de 3 mil en frente del vidrio. Se ajusta la velocidad de recubrimiento a 100 mm/s. Se mueve inmediatamente el vidrio recubierto al horno para curarlo a 260°C durante 24 min para crear el vidrio "tal como se recubre". El vidrio "tal como se recubre" debe demostrar determinada resistencia en verde y puede fabricarse adicionalmente sin daño en la superficie. Finalmente, se calienta el vidrio "tal como se recubre" en el horno a 680°C durante 14 min para elaborar vidrio templado. El vidrio templado debe mostrar 30

ES 2 919 473 T3

excelente fuerza adhesiva y resistencia mecánica. Durante el procedimiento de templado, las fritas de vidrio se fusionarán y adherirán fuertemente sobre la placa de vidrio.

5 Una vez formado, se determinaron el contenido orgánico y las propiedades mecánicas del recubrimiento, cuyos resultados se proporcionan en la tabla a continuación.

ID	421-153-3 (2 M) (barra de 1 mil)	421-153-3 (4 M) (barra de 2 mil)	421-153-3 (3 M) (barra de 3 mil)	Fenzi D20
Vidrio tal como se recubre				
Cont. orgán., %	7,33			9,27
Grosor (µm)	23,83	49,96	69,17	34,5
Tracción de perno (psi)	592	631	646	229
Trama cruzada	5B	5B	5B	3B
Hoffman	7	13	18,5	5
MEK	>100	>100	>100	50
Ultrasonidos (min)	>60	>60	>60	pasa
Aceite de corte, 1 día	$\Delta E=0,16$ $\Delta C=0,07$; 5B	$\Delta E=0,164$ $\Delta C=0,06$; 5B	$\Delta E=0,54$ $\Delta C=0,10$; 5B	N/A
Permanencia térmica, 7 días	$\Delta E=0,15$ $\Delta C=0,13$; 5B	$\Delta E= 0,86$ $\Delta C=0,26$; 5B	$\Delta E=0,13$ $\Delta C=0,08$; 5B	N/A
CASS, 5 días	$\Delta E=3,91$ $\Delta C=1,40$; 0B	$\Delta E=0,34$ $\Delta C=0,059$; 5B	$\Delta E=3,03$ $\Delta C=1,10$; 0B	N/A
Cámara de condensador, 21 días	$\Delta E=1,05$ $\Delta C=0,79$; 5B, 5	$\Delta E= 3,88$ $\Delta C=1,29$; 5B, 9	$\Delta E=1,85$ $\Delta C=0,96$; 5B, 13	N/A
Cepillado, 500 ciclos	Pasa	Pasa	Pasa	N/A
Ángulo de contacto con el agua	105	110	103	107
Vidrio templado				
Densidad óptica	253	250	251	260
Ángulo de contacto con el agua	40	40	46	-
Rugosidad, Rm (µm)	-	-	-	0,14
Cámara a 85°C/85H, 5 días	$\Delta E= 0,14$ $\Delta C=0,09$	$\Delta E=0,37$ $\Delta C= 0,29$	$\Delta E=0,21$ $\Delta C=0,19$	N/A
Cámara de condensador, 21 días	$\Delta E=0,19$ $\Delta C=0,06$	$\Delta E=0,24$ $\Delta C=0,12$	$\Delta E= 0,15$ $\Delta C=0,11$	N/A
Estabilidad térmica	$\Delta E=0,13$ $\Delta C=0,09$	$\Delta E=0,10$ $\Delta C=0,09$	$\Delta E= 0,25$ $\Delta C=0,13$	N/A
Amonio 10%, 3 días	$\Delta E=0,14$ $\Delta C= 0,07$	$\Delta E= 0,14$ $\Delta C= 0,10$	$\Delta E= 0,26$ $\Delta C= 0,16$	N/A
Cepillado, 500 ciclos	Pasa	Pasa	Pasa	N/A
Esmalte				
Tensión superficial (dyn/cm)	37,5			30,1
Viscosidad, 23°C y n.º 3 (cp)	44			2100
Densidad (g/cm³)	-	-	-	2
% de sólidos	-	-	-	83

También se determinó la rugosidad del vidrio templado. Los resultados se proporcionan en la tabla a continuación. El grosor es menor que el del vidrio "tal como se recubre" debido a la descomposición del aglutinante polimérico y, por tanto, la contracción del recubrimiento.

10

ES 2 919 473 T3

ID	Grosor de capa recubierta en vidrio templado, μm	Ra, μm	Rm, μm
421-153-3-2M	12,86	1,73	1,32
421-153-3-4M	28,73	1,38	1,07
421-153-3-3M	40,6	1,12	0,91

REIVINDICACIONES

1. Método de formación de un sustrato de vidrio recubierto, comprendiendo el método:
5 proporcionar una formulación de recubrimiento sobre un sustrato de vidrio, comprendiendo la formulación de recubrimiento al menos tres compuestos polimerizables, una frita de vidrio y un polímero no reticulado;
calentar la formulación de recubrimiento sobre el sustrato de vidrio
10 caracterizado porque
los compuestos polimerizables se polimerizan para formar una red interpenetrada polimérica que comprende una primera resina reticulada y una segunda resina reticulada, en el que la red interpenetrada polimérica incluye una resina reticulada de poliol, una resina reticulada epoxídica y una resina reticulada de acrilato.
15
2. Método según la reivindicación 1, en el que el calentamiento se realiza a una temperatura de desde 50°C hasta 350°C y/o
20 en el que el método comprende además una etapa de templado del recubrimiento y del sustrato de vidrio a una temperatura de desde 500°C hasta 800°C.
3. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero no reticulado incluye un polímero termoplástico lineal.
25
4. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero no reticulado incluye un polímero o copolímero de acrilato, preferiblemente un copolímero de acrilato-estireno-acrilonitrilo.
5. Método según la reivindicación 1, en el que la frita de vidrio contiene óxido de bismuto o dióxido de titanio.
30
6. Método según la reivindicación 1, en el que el recubrimiento presenta una tracción de perno de 500 psi (34473,8 hPa) o más.