



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 21.11.77 (P. 202320)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.08.79

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1982

Int. Cl.²

C09D 3/58

C09D 3/76

C09D 3/52



Twórcy wynalazku: Edward Płatek, Henryk Bohater, Stanisław Jędryka,
Hieronim Kozanecki, Jerzy Kwiatkowski

Uprawniony z patentu: Wrocławska Fabryka Farb i Lakierów, Wro-
cław (Polska)

Sposób wytwarzania lakieru epoksydowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania lakieru epoksydowego przeznaczonego do pokrywania wnętrza opakowań konserwowych z blachy ocynowanej, a w szczególności do opakowań głębokotłocznych.

Znane są sposoby otrzymywania lakierów epoksydowych opartych na zestawie dwóch żywic epoksydowych o różnym ciężarze cząsteczkowym oraz żywicy fenolowo-formaldehydowej ogrzewanych w temperaturze 120–150°C, żywicy poliwinyluobutyralowej katalizatora, środka poślizgowego, pasty pigmentowej i rozpuszczalników.

W polskim opisie patentowym nr 80718, opisany jest termoutwardzalny lakier epoksydowy przeznaczony do pokrywania blach stalowych ocynowanych stosowany do wyrobu opakowań konserwowych. Lakier zawiera addukt epoksydowo-fenolowy otrzymywany przez ogrzewanie roztworu zawierającego 30–40 części wagowych żywicy epoksydowej o średnim ciężarze cząsteczkowym około 2900, zawierającej 0,04–0,05 gramorównoważnika grup epoksydowych na 100 g żywicy, 30–40 części wagowych żywicy epoksydowej o średnim ciężarze cząsteczkowym około 3700, zawierającej 0,025–0,04 gramorównoważnika grup epoksydowych na 100 g żywicy, 20–40 części wagowych żywicy krezolowoformaldehydowej typu rezolowego eteryfikowanej butanolem o zawartości 8% grup metylowych i 30% grup butoksylo-
wych i 80 części wagowych ksylenu, plastyfiko-

2

wany 30–50 częściami wagowymi termoplastycznej żywicy poliwinyluobutyralowej zawierającej około 80% poliwinyluobutyralu, 2% octanu poliwinylu i 16% alkoholu poliwinylowego rozpuszczonej w 170 częściach wagowych eteru monobutyloвого gliokolu etylenowego, katalizowany 1,5 częściami wagowymi estru monobutyloвого kwasu ortofosforowego.

Lakier według polskiego opisu patentowego nr 80718 wytwarza się przez ogrzewanie roztworu żywic epoksydowych i żywicy fenolowej przez 4 godziny w temperaturze około 150°C w stanie wrzenia, ochłodzenie roztworu do temperatury 80°C, dodanie roztworu żywicy poliwinyluobutyralowej, estru monobutyloвого kwasu ortofosforowego i rozcieńczenia cykloheksanonem do lepkości 100 sekund na kubku „Forda” o średnicy otworu wypływowego 4 mm.

Powłoki znanych lakierów epoksydowych nie zabezpieczają dostatecznie opakowań przed korozyjnym działaniem przetworów spożywczych. Po kilku miesiącach składowania powstają punktowe ogniska korozyjne, prowadzące do zmiany barwy i smaku szczególnie w miejscach w których nastąpiło jej silne rozciąganie w procesie tłoczenia. Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania lakieru epoksydowego zabezpieczającego w pokryciu jednopowłokowym opakowania głębokotłoczne z blachy ocynowanej przed korozją wywołaną działaniem kwaśnych przetworów spo-

żywczych dla umożliwienia ich długotrwałego składowania.

Istotą wynalazku jest sposób wytwarzania lakieru przez ogrzewanie w temperaturze około 80°C roztworu zawierającego 15—25 części wagowych dwóch żywic epoksydowych o średnim ciężarze cząsteczkowym około 2900 zawierającej 0,04—0,05 gramorównoważnika grup epoksydowych na 100 g żywicy i o średnim ciężarze cząsteczkowym około 3700 zawierającej 0,025—0,04 gramorównoważnika grup epoksydowych na 100 g żywicy, w stosunku 1:1, łącznie na 100 części wagowych lakieru, w rozpuszczalnikach organicznych takich jak eter monobutyłowy glikolu etylenowego eter monoetyłowy glikolu etylenowego i izobutanol w łącznej ilości 40—60 części wagowych na 100 części wagowych lakieru, 3—8 części wagowych kompozycji dwóch żywic fenolowo-formaldehydowych, z których jedną stanowi żywica typu rezolowego butoksylovana a druga rezol 100% nieplastyfikowany w stosunku jak 1:1—1,5, 1—3 części wagowych żywicy poliwinylbutyralowej na 100 części lakieru, 3—10 części wagowych pasty barwiącej na 100 części wagowych lakieru stanowiącej 10—15% wysokorozdrobnioną dyspersję pigmentu organicznego w 60-cio procentowym izobutanolowym roztworze żywicy butanolowej typu rezolowego, 1—5 części wagowych środka poślizgowego na 100 części wagowych lakieru, otrzymanego z 10 części wagowych polietyleno o ciężarze cząsteczkowym 1400—1800 rozpuszczonego na ciepło w 60-ciu częściach wagowych rozpuszczalnika organicznego, najlepiej w mieszaninie węglowodorów aromatycznych o zakresie temperatury wrzenia 180—220°C i mieszanii aż do całkowitego rozpuszczenia, a następnie przy stałym mieszanii i ochłodzeniu aż do wytrącenia żywicy polietylenowej, po czym dodaje się 30 części octanu eteru monoetyłowego glikolu etylenowego, 3—5 części wagowych katalizatora na 100 części wagowych lakieru. Lakier po wymieszanii filtruje się na siatce miedzianej o 200 oczkach na 1 cm².

Sposób otrzymywania lakieru według wynalazku, w którym jako środek poślizgowy stosuje się polietylen wytrącony z roztworu w postaci bardzo subtelnej zawiesiny, zapewnia właściwy efekt poślizgowy przy tłoczeniu opakowań. Wprowadzenie do lakieru pigmentu organicznego, zwłaszcza w postaci struktury płatkowej, poprawia wytrzymałość powłok. Lakier otrzymany tym sposobem daje powłoki przydatne do głębokiego tłoczenia, odporne na działanie produktów spożywczych. Wytworzenie lakieru epoksydowego sposobem według wynalazku opisano w przykładzie wykonania poniżej.

Przykład. Do reaktora posiadającego układ grzewczo-chłodzący, zaopatrzonego w silne, intensywnie mieszające mieszadło, poziomą chłodnicę zwrotną i termometr, wprowadza się rozpuszczalniki organiczne, najlepiej eter monobutyłowy glikolu etylenowego, eter monoetyłowy glikolu etylenowego i izobutanol w łącznej ilości około 50 części wagowych na 100 części wagowych lakieru i włącza mieszadło oraz ogrzewanie reaktora. Po uzyskaniu temp. 50—60°C, rozpoczyna się przy

stałym mieszanii i ogrzewaniu, dozowanie żywic epoksydowych z prędkością około 20 kg na 5 minut, utrzymując temperaturę w reaktorze w granicach 80°C. Po zadozowaniu 21 części wagowych obu żywic epoksydowych łącznie na 100 części wagowych lakieru, miesza się i ogrzewa zawartość reaktora nadal utrzymując temperaturę jw. aż do całkowitego rozpuszczenia żywicy, na co wskazuje nieobecność nierozpuszczonych cząstek żywicy w powłoce uzyskanej poprzez polanie płytki szklanej roztworem żywicy.

Po całkowitym rozpuszczeniu żywicy epoksydowych dodaje się kolejno 1,4 części wagowych żywicy poliwinylbutyralowej na 100 części wagowych lakieru przy ciągłym mieszanii i ogrzewaniu zawartości reaktora i 5 części wagowych żywicy fenolowej butoksylovanej na 100 części wagowych lakieru, a następnie 6 części wagowych przygotowanej oddzielnie pasty barwiącej na 100 części wagowych lakieru oraz 3 części wagowe środka poślizgowego również przygotowanego oddzielnie na 100 części wagowych lakieru. Całość miesza się w temp. około 80°C do uzyskania jednorodnej mieszaniny co trwa około 4-ech godzin. Uzyskaną mieszaninę przepompowuje się przy włączonym mieszanii do mieszalnika zaopatrzonego w bardzo intensywnie mieszające mieszadło przy równoczesnym filtrowaniu na filtrze zaopatrzonym w przekładkę filtracyjną o otworach 10 µm. Do mieszalnika przy ciągłym mieszanii dodaje się 3 części wagowe katalizatora na 100 części wagowych lakieru, 0,2 części wagowe 10% roztworu oleju silikonowego na 100 części wagowych lakieru. Całość miesza się przez około 3 godziny, a następnie filtruje na siatce miedzianej o 200-tu oczkach na 1 cm². Przygotowanie środka poślizgowego przebiega następująco: Rozpuszcza się na ciepło 10 części wagowych polietyleno w 60-ciu częściach wagowych rozpuszczalnika, który stanowi najlepiej mieszanina węglowodorów aromatycznych o zakresie temperatury wrzenia od 180—220°C, do uzyskania prawdziwego roztworu. Po uzyskaniu tego roztworu, stale mieszając ochładza się go a następnie dodaje 30 części wagowych octanu eteru monoetyłowego glikolu etylenowego.

Przygotowanie pasty pigmentowej przebiega następująco. Do roztworu izobutanolowego żywicy fenolowo-formaldehydowej typu rezolowego, zawierającego 80 części wagowych tej żywicy i 11 części wagowych izobutanolu na 100 części wagowych, dodaje się przy ciągłym mieszanii w mieszadle 13 części wagowych na 100 części wagowych pigmentu organicznego i miesza się do uzyskania jednorodnej pasty pigmentowej, którą następnie uciera się wielokrotnie, aż do uzyskania przetarcia około 5 µm.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania lakieru epoksydowego, przez ogrzanie i mieszanie roztworu dwóch żywic epoksydowych z żywicą fenolowo-formaldehydową, ochłodzeniu otrzymanego roztworu, dodaniu

5

żywicy poliwinyllobutyralowej, katalizatora, środków poślizgowych, pasty pigmentowej, rozpuszczalników organicznych i ponownym wymieszaniu, **znamienny tym**, że roztwór dwóch znanych żywic epoksydowych ogrzewa się w temperaturze od 70 do 80°C, mieszając do uzyskania roztworu, w tej samej temperaturze wprowadza się kolejno: żywicę poliwinyllobutyralową, żywicę fenolową butoksylowaną, pastę barwiącą otrzymaną przez zdyspergowanie pigmentu organicznego w roztworze żywicy fenolowo-formaldehydowej typu rezolowego, środek poślizgowy sporządzony przez rozpuszczenie na gorąco polietylenu o ciężarze cząsteczkowym od 1400 do 1800 w rozpuszczalnikach organicznych, korzystnie mieszanina węglowodorów aromatycznych o temperaturze wrzenia od

6

180 do 220°C, i jego strąceniu przez schłodzenie roztworu, katalizator, przy czym stosunek żywicy fenolowej butoksylowanej do żywicy fenolowo-formaldehydowej typu rezolowego wynosi jak 1:1,5 w ilości 3 do 8 części wagowych obu żywic łącznie na 100 części wagowych lakieru, przy czym pasta barwiąca stanowi 10 do 15% wysoko rozdrobioną dyspersję pigmentu organicznego w 60% roztworze żywicy fenolowo-formaldehydowej typu rezolowego w ilości 3 do 10 części wagowych na 100 części wagowych lakieru, a środek poślizgowy 10% roztwór polietylenu w rozpuszczalnikach organicznych, korzystnie mieszaninie węglowodorów aromatycznych o temperaturze wrzenia od 180 do 220°C, w ilości 1 do 5 części wagowych lakieru.