

**OZET****ELEKTROBİRİKİM VE IŞINIMLA KURLEME İÇİN SU  
BAZLI KURLEME BİLEŞİMLERİ**

5

Mevcut buluş, elektrobirikim ve ışınımla kütleme için su bazlı kütleme bileşimleriyle ve bu tür bileşimleri elde etmek için proseslerle ilgilidir. Bileşimlerin karakterize edici özelliği, etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b)'nin, en azından kısmen nötrale edilmiş bir (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü vasıtasıyla bir sulu çözelti içerisinde dağıtılmasıdır. Buluşun bileşimleri, özellikle de, metalik malzemelerin ve bilhassa sıcaklığa duyarlı malzemelerin, örneğin elektriği ileten plastik malzemelerin kaplanması için uygundur.

## İSTEMLER

1. Işınımla kürlenebilen bir elektrobirikimli kaplama bileşimi (a)+(b) olup, aşağıdakilerin bir sulu dispersiyonunu içerir:
- 5
- (i) bir (met)akrilik (ko)polimer oluşturmak için en az bir (met)akrilik monomerin amin epoksi adüktü varlığında polimerize edilmesiyle elde edilen en az bir (met)akrilik (ko)polimerle bir amin epoksi adüktünün bir harmanı ve/veya reaksiyon ürünü olan bir en azından kısmen
- 10 nötralize edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktünden esasen oluşan bir dağıtıcı polimer (a), ve
- (ii) etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b), ve
- (iii) isteğe bağlı olarak bir fotoinisiyatör (c).
- 15
2. İstem 1'e uygun bileşim olup, burada adükt, 20-150 mg KOH/g kadar bir amin sayısı ile birlikte, (a)'nın toplam monomer muhteviyatı esas alındığında 20-95 ağırlık %'si kadar (met)akrilik monomer muhteviyatı içerir.
- 20
3. İstem 1'e veya 2'ye uygun bileşim olup, bileşikler (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (a)'nın 20 ila 80 ağırlık %'si kadar bir miktara ve bileşik (b)'nin 80 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktara sahiptir.
- 25
4. Önceki istemlerden herhangi birine uygun bileşim olup, burada
- (a), epoksi reçine-amin adüktleri (A)'yı ve (met)akrilat kopolimerleri (B)'yi esas alan bir proseden elde edilebilir, burada

(A) 50 ila 170 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan ve reaksiyona atıl olan, suyla seyreltilebilen bir çözücü içerisinde tercihen 10 ila 40 ağırlık %'si gücünde bir çözelti olarak mevcut olan, epoksi reçinelerinin bir bazik adüktünün, (a)'nın katıları esaslı 3 ila 30 ağırlık %'si (komponent A), ve

(B) aşağıdakileri içeren bir monomer karışımının 70 ila 97 ağırlık %'si (komponent B):

(Ba) sekonder veya tersiyer amino grupları ihtiva eden (met)akrilik asit esterlerinin 7 ila 20 ağırlık %'si,

(Bb) 2 ila 6 karbon atomuna sahip alkilen radikalleri ve/veya 4 ila 12 karbon atomuna sahip oksialkilen radikalleri ihtiva eden, diollerle (met)akrilik asidin monoesterlerinin 15 ila 30 ağırlık %'si,

(Bc) alkil radikalleri 1 ila 18 karbon atomu ihtiva eden (met)akrilik asit alkil esterlerin 50 ila 78 ağırlık %'si, ve

(Bd) aromatik vinil monomerlerin 10 ağırlık %'sine kadarı

bir serbest radikal polimerizasyonuna tabi tutulur, böylece (AB) elde edilir,

burada komponent (AB), komponent (b) ile karıştırılmadan önce veya sonra en azından kısmen nötralize edilir, böylece,

komponent (AB)'nin 30 ila 90 mg KOH/g kadar bir amin sayısına ve 80 ila 150 mg KOH/g kadar bir hidroksil sayısına sahip olması şartıyla, ve

komponentler (A)'nın ve (B)'nin, sırasıyla (Ba) ila (Bd)'nin yüzde verilerinin toplamının her defa 100 olması şartıyla, (a) temin edilir.

5. Önceki istemlerden herhangi birine uygun bileşim olup, burada komponentler (A) ve (B), her durumda, 7 ila 18 karbon atomuna sahip özdeş alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'sini içerir.

5 6. Önceki istemlerden herhangi birine uygun bileşim olup, burada (b) bir veya daha fazla üretan (met)akrilat(lar) (b1), polyester (met)akrilat(lar) (b2), poliepoкси (met)akrilat(lar) (b3), polikarbonat (met)akrilat(lar) (b4), polieter (met)akrilat(lar) (b5), ve poliakrilik (met)akrilat(lar) (b6); tercihen üretan (met)akrilat(lar) (b1), polyester (met)akrilat(lar) (b2) ve/veya poliepoкси (met)akrilat(lar) (b3) arasından seçilir.

7. Önceki istemlerden herhangi birine uygun bileşim olup, burada (b) bir üretan (met)akrilat (b1)'dir; daha tercihen burada (b), bir poliizosiyanatın ve akrilat veya metakrilat doymamışlığına sahip bir aktif hidroksil ihtiva eden, etilenik açıdan doymamış bileşiğin bir reaksiyon ürünüdür.

8. İstem 7'ye uygun bileşim olup, burada (b1)'in (met)akrilik fonksiyonelliğinin miktarı 1 ile 10 meq/g arasındadır.

9. Katotta biriktirilebilen ve ışınlama ile kürlenebilen bir sulu kaplama bileşimi (a)+(b)'nin hazırlanması amaçlı bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bileşim (AB) +(b)'nin hazırlanması için proses olup, aşağıdaki adımları içerir:

- (AB)'nin toplam monomer muhteviyatı esas alındığında, 20-95 ağırlık %'si kadar (met)akrilik monomer muhteviyatını içeren, 20-150

mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan bir (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü (AB) ile etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b)'nin bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen çözücü (d) içerisinde biraraya getirilmesi,

- 5 - isteğe bağlı olarak bir fotoinisiatör (c1)'in ilave edilmesi,

bileşikler (AB)'nin ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (AB)'nin 20 ila 80 ağırlık %'si ve bileşik (b)'nin 80 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktar kullanılır,

- 10 burada (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü (AB), tercihen, bir epoksi reçine-amin adüktü (A) ve bir (met)akrilat kopolimeri (B) esas alınarak aşağıdaki gibi hazırlanır:

- (A) 50 ila 170 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan ve  
15 reaksiyona atıl olan, sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bir çözücü içerisinde tercihen 10 ila 40 ağırlık %'si gücünde bir çözelti olarak mevcut olan, epoksi reçinelerinin bir bazik adüktünün, katılar esaslı 3 ila 30 ağırlık %'si (komponent A), ve

- (B) aşağıdakileri içeren bir monomer karışımının 70 ila 97 ağırlık  
20 %'si:

(Ba) sekonder veya tersiyer amino grupları ihtiva eden (met)akrilik asit esterlerinin 7 ila 20 ağırlık %'si,

- (Bb) 2 ila 6 karbon atomuna sahip alkilen radikalleri ve/veya 4 ila 12  
25 karbon atomuna sahip oksialkilen radikalleri ihtiva eden, diollerle (met)akrilik asidin monoesterlerinin 15 ila 30 ağırlık %'si,

(Bc) alkil radikalleri 1 ila 18 karbon atomu ihtiva eden (met)akrilik asit alkil esterlerin 50 ila 78 ağırlık %'si, ve

(Bd) aromatik vinil monomerlerin 10 ağırlık %'sine kadarı (komponent B)

bir serbest radikal polimerizasyonuna tabi tutulur,

- 5 ve bu şekilde elde edilen kombinasyon (AB) en azından kısmen nötrale edilir, böylece, komponent (AB)'nin 30 ila 90 mg KOH/g kadar bir amin sayısına ve 80 ila 150 mg KOH/g kadar bir hidroksil sayısına sahip olması şartıyla, ve komponentler (A)'nın ve (B)'nin, sırasıyla (Ba) ila (Bd)'nin yüzde verilerinin toplamının her defa 100  
10 olması şartıyla, (a) temin edilir.

**10.** İstem 9'a uygun proses olup, burada komponentler (A) ve (B), her durumda, 7 ila 18 karbon atomuna sahip özdeş alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'sini içerir.

15

**11.** Katotta biriktirilebilen ve ışınlama ile kürlenebilen bir sulu kaplama bileşimi (a)+(b)'nin hazırlanması için proses olup, aşağıdaki adımları içerir:

- 20 - istemler 9-10'dan herhangi birine göre bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bileşim (AB) + (b)'nin hazırlanması,  
- suyla seyreltilebilen bileşim (AB) + (b)'yi hazırlamak için ilave edilen fotoinisiyatör (c1) ile aynı veya bundan farklı olabilen bir fotoinisiyatör (c2)'nin isteğe bağlı olarak ilave edilmesi,  
25 - tercihen bir asit kullanılarak, (AB)'nin amino gruplarının en azından kısmen nötrale edilmesi, böylece (a)'nın temin edilmesi,

- bu şekilde elde edilen kombinasyon (a)+(b)'nin, deiyonize suyla, daha da işlem den geçirmek için uygun bir katı muhteviyatına seyreltilmesi.

5 **12.** İstem 11'e uygun proses olup, burada bir fotoinisiatör, bir benzofenon; 1-hidroksi-sikloheksil fenil keton; 2,4,6-trimetil benzofenon; 3,3-dimetil-4-metoksi-benzofenon; benzil dimetil ketal; oligo (2-hidroksi-2-metil-1-(4-(1-metil-vinil)fenil)propanon; 2,2-dimetoksi-1,2-difeniletan-1-on; 2-hidroksi-2-metil-1-fenilpropan-1-  
10 on; bis (2,4,6-trimetilbenzoil)fenil fosfin oksit; 2,4-dietiltiyoksantoin; etil p-dimetilaminobenzoat; izoamil p-dimetilaminobenzoat; bis (n<sup>5</sup> - 2,4-siklopentadien-1-il)-bis(2,6-difloro-3-(1H-pirrol-1-il)-fenil) titanyum listesinden veya bunların karışımlarından seçilir.

15 **13.** İstemler 9-12'den herhangi birine uygun hazırlanan bileşimler.

**14.** İstemler 1-8'den herhangi birine uygun bir bileşimin veya istemler 11-12'den herhangi birine uygun hazırlanan bir bileşimin, metalik malzemelerin, metal plakalı malzemelerin ve elektriği ileten plastik  
20 malzemelerin kaplanması için kullanımı.

**TARİFNAME****ELEKTROBİRİKİM VE IŞINIMLA KURLEME İÇİN SU**

5

**BAZLI KURLEME BİLEŞİMLERİ****TEKNİK ALAN**

Mevcut buluş, elektrobirikim ve ışınımla kütleme için su bazlı  
10 kütleme bileşimleriyle ve bu tür bileşimlerin imalatı için proseslerle  
ilgilidir. Bileşimler, özellikle de, katotta biriktirilebilen ve ışınımla,  
bilhassa UV ışınımla kütlenebilen, suyla seyreltilebilen astar  
boyaların ve tek kat boyaların formülasyonu için uygundur.

15 **ARKA PLAN**

Elektrobirikim yoluyla bir kaplamanın uygulanması bilinmektedir.  
Elektrobirikim, kaplanacak, elektriği ileten bir malzemenin, suda  
dağılan bir yüklü film oluşturma malzemesinin bir süspansiyonu  
20 içerisine daldırılmasını, ve iletken malzemenin, süspansiyon  
içerisinden elektrik akımı geçirilerek elektrokoagülasyona tabi  
tutulmasını, ve elektrokoagülasyonla kaplanan iletken malzemeyi bir  
pişirme işleminin yürütülmesini içeren bir bilinen kaplama metodudur.

25 Elektrobirikimin ana avantajları, kaplama malzemesi kaybının düşük  
olması; prosesin kolaylıkla otomatize edilmesi ve kontrol edilmesi,  
böylelikle işgücü maliyetinin azaltılması; kaplanacak çeşitli

malzemelerin aynı anda işlemden geçirilmesi; kaplanacak malzemelerin içinde ve kenarında homojen bir film oluşumunun mümkün olması; ve kaplama malzemelerinin, kaplanacak malzemelere iyi yapışabilmesidir. Su bazlı kaplama malzemeleri iyi bir ekolojik profile sahiptir ve çevre kirliliği ve facia önleme açısından tercih edilir.

Gerçek kaplama prosesi, genellikle, kaplanacak kısmın, kaplama banyosunu veya çözeltisini tutan bir konteyner içerisine daldırılmasını ve elektrotlar kullanılarak banyo içerisine doğru akım elektriğinin uygulanmasını içerir. Tipik olarak 25 - 400 voltluk doğru akım (DC) voltajları kullanılır. Kaplanacak obje, elektrotlardan biridir, ve bir "karşı elektrotlar" takımı, devrenin tamamlanması için kullanılır.

Birikim sonrası, obje, normalde, birikimsiz banyoyu uzaklaştırmak için yıkanır. Yıkamayı bir pişirme veya kütleme prosesi izler. Bu, polimeri çapraz bağlayacaktır ve kaplamanın dışarı akmasına ve düzgün ve sürekli olmasına izin verir.

Proses, malzemelerin herhangi elektriği ileten yüzeye uygulanması için kullanışlıdır. Bunun sonucunda, katyonik elektrobirikim, otomobil endüstrisinde otomobil karoserileri için bir kaplama metodu olarak geniş çapta kullanılır. Ancak, metalize plastikler gibi, ısıya duyarlı malzemeler için, 100 °C'nin üzerindeki bir termoset sıcaklığına sahip kaplama bileşimleri kullanılamaz.

Bu problemi çözmek için, kaplama malzemeleri için ultraviyole ışınımının kullanıldığı bir metot vardır. Bu metot, ışınımla

kürlenebilen, tercihen UV ile kürlenebilen veya elektron ışınıyla kürlenebilen oligomerleri, monomerleri, fotopolimerizasyon başlatıcılarını, radikal inhibitörleri içeren kaplama bileşimlerini kullanır. Bu çözücü maddesiz kaplama malzemeleri içerisinde, reaktif monomer, bir organik çözücü yerine diğer komponentlerin seyreltilmesi için kullanılır ve bu şekilde, radikal polimerizasyondan sonra çapraz bağlanmış polimer ağının kısmını oluşturur. Bu tip kaplama malzemesinden üretilen kürlenmiş kaplama filmi çok serttir, ancak kırılmandır ve taban malzemesine daha az yapışır, bu ise özellikle de düzgün yüzeyli bir taban malzemesinde özellikle bir problem teşkil eder.

Hem elektrobirikimli, hem de ışınla kürlenebilen özellikler içeren kaplama bileşimleri tarif edilmiştir. Ancak bir problem, enerjiyle kürlenebilen kısmın suda çözünürlüğünün zayıf olmasıdır. Bu yüzden, iyi dağılabilen bir bileşimin elde edilmesi problematiktir.

US 4,294,741, US 4,742,097 ve US 4,335,028, ışınla kürlenemeyen ve etilenik açıdan doymamış bir bileşik içermeyen bileşimleri açıklamaktadır. WO93/14443 ve US 5,595,859, etilenik açıdan doymamış bir yan grup içeren, doymamış katyonik polimerik malzemeleri açıklar, ancak bir (met)akrilik kopolimerin varlığını açıklamaz.

US 6,232,364, bu fenomeni engellemek için fotoinisiyatörlerin dikkatle seçilmiş iki veya daha fazla türünün kullanımını açıklamaktadır. Ancak, bu seçme prosesi zahmetlidir. Daha sağlam ve daha az kritik bir metot aranmaktadır. Teknikte iyileştirilmiş kaplama

bileşimlerine, özellikle de ısıya duyarlı malzemelere, ve bunların imalat proseslerine ihtiyaç vardır.

Mevcut buluş, yukarıda bahsedilen problemlerden en azından bazıılarını çözmeyi amaçlamaktadır. Buluş, bununla ilgili olarak, yüksek reaktiviteye, düşük yapışkanlığa, iyi adezyona, yüksek antikorozyona ve yüksek parlaklığa sahip, elektrobirikim ve ışınımla kürlleme için kaplama bileşimlerini temin etmeyi amaçlamaktadır. Buluşun bir diğer amacı, kaplama bileşimlerinin, plastikler gibi, ısıya duyarlı malzemeler için uygun olmasıdır.

#### BULUŞUN KISA TARİFİ

Mevcut buluş, iyileştirilmiş dağılıbilirlik sergileyen, düşük sıcaklıkta ışınımla kürlenebilen, elektrobirikim için bileşimleri, ve bileşimlerin imalatı için bir prosesi temin eder.

Ozellikle de, buluş, bir birinci yönünde, aşağıdakilerin bir sulu dispersiyonunu içeren, ışınımla kürlenebilen bir elektrobirikimli kaplama bileşimi (a)+(b)'yi temin eder:

20

- (i) bir (met)akrilik (ko)polimer oluşturmak için en az bir (met)akrilik monomerin amin epoksi adüktü varlığında polimerize edilmesiyle elde edilen en az bir (met)akrilik (ko)polimerle bir amin epoksi adüktünün bir harmanı ve/veya reaksiyon ürünü olan bir en azından kısmen nötralize edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktünden esasen oluşan bir dağıtıcı polimer (a), ve
  - (ii) etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b), ve
  - (iii) isteğe bağlı olarak bir fotoinisiyator (c).
- 25

Bir ikinci yönünde, buluş, katotta biriktirilebilen ve ışımmla kürlenebilen bir sulu kaplama bileşimi (a)+(b)'nin hazırlanması amaçlı bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bileşim (AB) +(b)'nin hazırlanması için, aşağıdaki adımları içeren bir proses temin eder:

5

- (AB)'nin toplam monomer muhteviyatı esas alındığında, 20-95 ağırlık %'si, tercihen 50-95 ağırlık %'si, daha tercihen 70-95 ağırlık %'si kadar (met)akrilik monomer muhteviyatını içeren, 20-150 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan bir (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü (AB) ile etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b)'nin bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen çözücü (d) içerisinde biraraya getirilmesi,
- bileşikler (AB)'nin ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (AB)'nin 20 ila 80 ağırlık %'si ve bileşik (b)'nin 80 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktar kullanılarak, isteğe bağlı olarak bir fotoinisiatör (c1)'in ilave edilmesi,

15

burada (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü (AB), tercihen, bir epoksi reçine-amin adüktü (A) ve bir (met)akrilat kopolimeri (B) esas alınarak aşağıdaki gibi hazırlanır:

20

(A) 50 ila 170 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan ve reaksiyona atıl olan, sulu olmayan, tercihen, suyla seyreltilebilen bir çözücü içerisinde tercihen 10 ila 40 ağırlık %'si gücünde bir çözelti olarak mevcut olan, epoksi reçinelerinin bir bazik adüktünün, katılar esaslı 3 ila 50 ağırlık %'si, tercihen 3 ila 30 ağırlık %'si (komponent A), ve

25

(B) aşağıdakileri içeren bir monomer karışımının 50 ila 97 ağırlık %'si, tercihen 70 ila 97 ağırlık %'si:

(Ba) sekonder veya tersiyer amino grupları ihtiva eden (met)akrilik asit esterlerinin 7 ila 20 ağırlık %'si,

(Bb) 2 ila 6 karbon atomuna sahip alkilen radikalleri ve/veya 4 ila 12 karbon atomuna sahip oksialkilen radikalleri ihtiva eden, diollerle (met)akrilik asidin monoesterlerinin 15 ila 30 ağırlık %'si,

(Bc) alkil radikalleri 1 ila 18 karbon atomu ihtiva eden (met)akrilik asit alkil esterlerin 50 ila 78 ağırlık %'si, ve

(Bd) aromatik vinil monomerlerin 10 ağırlık %'sine kadarı (komponent B) bir serbest radikal polimerizasyonuna tabi tutulur,

ve bu şekilde elde edilen kombinasyon (AB) en azından kısmen nötralle edilir, böylece, komponent (AB)'nin 20-150 mg KOH/g, tercihen 30 ila 90 mg KOH/g kadar bir amin sayısına ve 80 ila 150 mg KOH/g kadar bir hidroksil sayısına sahip olması şartıyla, ve komponentler (A)'nın ve (B)'nin, sırasıyla (Ba) ila (Bd)'nin yüzde verilerinin toplamının her defa 100 olması şartıyla, (a) temin edilir.

20

Bir üçüncü yönde, buluş, buluş, katotta biriktirilebilen ve ışımla kürlenebilen bir sulu kaplama bileşimi (a)+(b)'nin hazırlanması için, aşağıdaki adımları içeren bir proses temin eder:

25 - önceden tarif edilen prosesin bir uygulama şekline göre bir sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bileşim (AB) + (b)'nin hazırlanması,

- suyla seyreltilebilen bileşim (AB) + (b)'yi hazırlamak için ilave edilen fotoinisiyatör (c1) ile aynı veya bundan farklı olabilen bir fotoinisiyatör (c2)'nin isteğe bağlı olarak ilave edilmesi,
- tercihen bir asit kullanılarak, (AB)'nin amino gruplarının en azından kısmen nötrale edilmesi, böylece (a)'nın temin edilmesi,
- bu şekilde elde edilen kombinasyon (a)+(b)'nin, deiyonize suyla, daha da işlem den geçirmek için uygun bir katı muhteviyatına seyreltilmesi.

10 Bir dördüncü yönde, buluş, buluşun bir prosesine göre hazırlanan bileşimleri temin eder.

Bir son yönde, buluş, metalik malzemelerin, metal plakalı malzemelerin ve elektriği ileten plastik malzemelerin kaplanması için bir buluş yapıcı bileşimin kullanımlarını, ve ayrıca metalik malzemelerin, metal plakalı malzemelerin ve elektriği ileten plastik malzemelerin kaplanması için bir proses temin etmekte olup, burada bir kaplama, buluşa uygun bir bileşim içeren bir banyo içerisinde elektrobirikim yoluyla adı geçen malzeme üzerinde oluşturulur, kaplanan malzeme banyodan geri çekilir, isteğe bağlı olarak suyla veya bir çözücüyle yıkanır, tercihen 60 ile 100 °C arasında bir sıcaklıkta isteğe bağlı olarak kurutulur, ve ardından ışınlama kürlenmeye de tabi tutulur.

25 Tercih edilen uygulama şekilleri, bağımlı istemlerde tanımlandığı gibidir.

**BULUŞUN DETAYLI TARİFİ**

Başka türlü tanımlanmadığı takdirde, teknik ve bilimsel terimler dahil, buluşun açıklanmasında kullanılan tüm terimler, bu buluşun ait olduğu teknikte genel beceri sahibi biri tarafından genellikle anlaşılan anlama gelirler. Daha da yol gösterme açısından, terim tanımları, mevcut  
5 buluşun öğretisini daha iyi değerlendirmek için dahil edilmiştir.

Burada kullanıldığı şekliyle, aşağıdaki terimler aşağıdaki anlamlara gelirler:

İngilizcede "a", "an", ve "the" önekleriyle verilen tekil ifadeler, burada  
10 kulanıldığı şekliyle, kontekst açıkça aksini belirtmediği sürece, hem tekil, hem de çoğul ifadelere atfeder. Örnek vermek gerekirse, "bir kompartman" ifadesi, bir veya birden fazla kompartmana atfeder.

Burada kullanıldığı şekliyle, bir parametre, bir miktar, bir zaman  
15 dilimi, ve benzeri gibi bir ölçülebilir değere atfeden "yaklaşık" terimi, bu tür varyasyonlar açıklanan buluş içerisinde gerçekleştirilmek için uygun oldukları sürece, belirlenen değere ait veya bundan +/-20% veya daha az, tercihen +/-10% veya daha az, daha tercihen +/-5% veya daha az, hatta daha tercihen +/-1% veya daha az, ve yine daha tercihen  
20 +/-0.1% veya daha az varyasyonu kapsar. Ancak, modifiye edici "yaklaşık" teriminin atfettiği değer bizzat ayrıca spesifik olarak açıklandığı da anlaşılmalıdır.

Burada kullanıldığı şekliyle, "içerirler" "içeren" and "içerir" ve  
25 "oluşur" terimleri, "kapsarlar", "kapsayan", "kapsar" veya "ihtiva eder", "ihtiva eden", "ihtiva eder" terimleriyle sinonimdir ve kendilerinden önce gelen ifadelerin, örneğin bir komponentin varlığını belirginleştiren kapsayıcı veya açık uçlu terimlerdir ve teknikte

bilinen, burada açıklanmayan veya burada açıklanan ilave komponentlerin, özelliklerin, elemanların, öğelerin, adımların varlığını hariç veya dışarıda bırakmazlar.

- 5 Uç noktalarla sayısal aralıkların belirtilmesi, bu aralıklar içerisine giren tüm sayıları ve fraksiyonları ve ayrıca belirtilen uç noktaları kapsar.

Burada kullanıldığı şekliyle, "sulu" terimi, bileşim içerisinde  
10 kullanılan çözücünün başlıca su olduğu anlamına gelir. Bu yüzden, "su" ve "su bazlı" terimleri sinonim olarak dikkate alınabilir. Su bazlı formülasyonlar, genellikle, az organik çözücü fraksiyonunu gerektirme veya organik çözücü fraksiyonunu gerektirmeme avantajını sergilerler. Su mevcut başvuruda bir çözücü olarak dikkate  
15 alınmaz. Su, dağıtıcı faz olarak dikkate alınır.

Mucitler, suda dağılabilen bir katyonik komponentin ışınımla kürlenebilen bir ikinci komponent için dağıtıcı polimer olarak olarak işlev gördüğü bir reçine kombinasyonunu bulmuşlardır. İlâveten, elde  
20 edilen bileşimin, bir fotoinisiyatörün varlığına bağımlılığının azalmış olduğu bulunmuştur.

Ozellikle de, mevcut buluş, bir birinci yönde, aşağıdakilerin bir sulu dispersiyonunu içeren, ışınımla kürlenebilen bir elektrobirikimli  
25 kaplama bileşimi temin eder: (i) bir en azından kısmen nötralize edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktünden esasen oluşan bir dağıtıcı polimer (a), ve

(ii) etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b). Yukarıda sunulan kombinasyon, suda (b)'nin dağılılabirliğinin bileşik (a)'nın varlığında iyileştirilmesi avantajına sahiptir.

(Met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü altında, mevcut buluşta, bir  
5 (met)akrilik (ko)polimer oluşturmak için en az bir (met)akrilik monomerin amin epoksi adüktü varlığında polimerize edilmesiyle elde edilen en az bir(met)akrilik (ko)polimerle bir amin epoksi adüktünün bir harmanı ve/veya reaksiyon ürünü anlaşılır.

Mevcut buluşta, "(met)akril" teriminin, hem akril, hem de metakril  
10 bileşiklerini, veya bunların türevlerini ve ayrıca karışımlarını kapsadığı anlaşılmalıdır.

Amin epoksi adüktü altında, mevcut buluşta, en az bir amin grubu içeren en az bir amin bileşiğiyle en az iki epoksi grubu içeren en az bir epoksi bileşiğinin reaksiyon ürünü anlaşılır.

15 Dağıtıcı bir polimer olarak işlev görebilmek amacıyla, (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü, suda bir dispersiyon elde etmeyi mümkün kılan en az bir fonksiyonel grup içerir. Bu tür fonksiyonel gruplar teknikte iyi bilinirler. Katyonik elektrobirikimli kaplama bileşimleri durumunda, bu fonksiyonel grup, isteğe bağlı olarak bir  
20 asitle nötralizasyondan sonra, suda dağılma üzerine bir katyonik grup oluşturabilen veya bir katyonik grup olan bir kısımdır.

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, ışınımla kürlenebilen elektrobirikimli kaplama bileşimi, aşağıdakilerin bir sulu  
25 dispersiyonunu içerir: (i) 20-150 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip, (a)'nın toplam monomer muhteviyatı esas alındığında 20-95 ağırlık %'si kadar (met)akrilik monomer muhteviyatı içeren bir en azından kısmen nötrale edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi

adüktünden esasen oluşan bir dağıtıcı polimer (a), ve (ii) etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b).

5 Tercih edilen bir uygulama şeklinde, dağıtıcı polimerin amin sayısı 30-140 mg KOH/g, daha tercihen 40-120 mg KOH/g'dır. Tercih edilen bir uygulama şeklinde, en azından kısmen nötralize edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü, (a)'nın toplam monomer muhteviyatı esas alındığında, (met)akrilik monomerden türetilen polimerin 50-95 ağırlık %'sini içerir.

10

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, (a)'yı, (b)'yi ve isteğe bağlı olarak (c1)'i ve (c2)'yi içeren dispersiyon, 250 nm'nin altında, tercihen 200 nm'nin altında, daha tercihen 180 nm'nin altında bir partikül boyutuna sahiptir. Tercih edilen bir diğer uygulama şeklinde, 15 dispersiyon 50 nm'nin üzerinde, tercihen 100 nm'nin üzerinde bir partikül boyutuna sahiptir.

Daha tercihen 140 nm'nin üzerinde, hatta daha tercihen 145 nm'nin üzerinde, en çok tercihen 150 nm'nin üzerinde bir partikül boyutuna sahiptir. En çok tercih edilen bir uygulama şeklinde, dispersiyon, 50 20 nm ile 250 nm arasında, tercihen 100 nm ile 230 nm arasında, daha tercihen 150 nm ile 200 nm arasında, en çok tercihen 155 ile 180 nm arasında bir partikül boyutuna sahiptir.

Burada kullanıldığı şekliyle, "partikül boyutu" altında, bir Malvern 25 Zetasizer ile sulu dispersiyon üzerinde ölçüldüğü gibi, ortalama partikül boyutu d50 anlaşılır.

Bileşim içerisinde bir fotoinisiyatör (c)'nin varlığı isteğe bağlıdır. Bileşimin, kürlenmenin sağlanması için bir başlatıcıyı gerektirmediği bulunmuştur. Bu çok önemlidir, çünkü US 6232364 gibi, önceki tekniğin patent hakkı bildirimleri, burada tarif edilen bileşimler için  
 5 uygun başlatıcıların varlığının ve seçiminin, iyi bir kütleme elde etmek için esansiyel olduğunu göstermişlerdir. Bundan dolayı, buluşa göre bir bileşim, bir kaplama prosesinde kullanım için daha az kritik, daha sağlam bir bileşim temin eder.

10 Işınım kimyası veya kütleme vasıtasıyla endüklenen polimerizasyon reaksiyonu tercihen 400 nm'den daha az bir dalgaboyuna sahip ışınım, örneğin UV, elektron, X- veya gama ışınları vasıtasıyla yürütülür. UV ışınımı özellikle tercih edilir, UV ışınımıyla kütleme sık olarak fotoinisiyatörlerin varlığında başlatılır.

15 Fotoinisiyatör, ışığın etkisiyle (met)akrilat fonksiyonel komponentlerinin bir radikal poliadisyon reaksiyonunu başlatabilecek herhangi bir molekülü kapsar.

20 Tercih edilen bir uygulama şeklinde, adı geçen fotoinisiyatör, bir benzofenon; 1-hidroksi-sikloheksil fenil keton; 2,4,6-trimetil benzofenon; 3,3-dimetil-4-metoksi-benzofenon; benzil dimetil ketal; oligo (2-hidroksi-2-metil-1-(4-(1-metil-vinil)fenil)propanon; 2,2-dimetoksi-1,2-difeniletan-1-on; 2-hidroksi-2-metil-1-fenilpropan-1-  
 25 on; bis (2,4,6-trimetilbenzoil)fenil fosfin oksit; 2,4-dietiltiyoksantoin; etil p-dimetilaminobenzoat; izoamil p-dimetilaminobenzoat; bis (n<sup>5</sup> - 2,4-siklopentadien-1-il)-bis(2,6-difloro-3-(1H-pirrol-1-il)-fenil) titanyum listesinden veya bunların karışımlarından seçilir. Daha tercih

edilen bir uygulama şeklinde, adı geçen fotoinisiatör bir benzofenon ve 1-hidroksi-sikloheksil fenil keton listesinden veya bunların karışımlarından seçilir. Karışımlar, avantajlı olarak oda sıcaklığında sıvı olan ötektik bileşimler temin edebilirler.

- 5 Fotoinisiatör (c1) veya (c2), (a)'yı ve (b)'yi oluşturmak için, (b)'yi suda dağılmadan önce ve nötralizasyondan önce veya sonra içeren bileşime ilave edilebilir. Fotoinisiatör (c1) veya (c2), tercihen nötralizasyondan sonra, daha tercihen bileşimin substratları kaplamak için kullanımından hemen önce ilave edilir.

10

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (a)'nın 20 ila 80 ağırlık %'si kadar ve bileşik (b)'nin 80 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktarı kullanılır. (a)'nın miktarı 70 ağırlık %'sinin üzerine çıktığında, çapraz bağlanma azalır. Daha tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (a)'nın 30 ila 70 ağırlık %'si kadar ve bileşik (b)'nin 70 ila 30 ağırlık %'si kadar bir miktarı kullanılır. En çok tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (a)'nın 40 ila 60 ağırlık %'si kadar ve bileşik (b)'nin 60 ila 40 ağırlık %'si kadar bir miktarı kullanılır.

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a), epoksi reçine-amin adüktlerini (komponent A'yı) ve (met)akrilat kopolimerlerini (komponent B'yi), (A) ve (B) ile temin edilen katı muhteviyatının ağırlık %'si olarak ifade edildiğinde, (A)'nın daha spesifik olarak 3 ila 50 ağırlık %'sini, daha tercihen 3 ila 30 ağırlık %'sini, ve (B)'nin 50 ila 97 ağırlık %'sini, daha tercihen 70 ila 97 ağırlık %'sini içerir.

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a), (met)akrilik monomerlerin 50 ila 97 ağırlık %'sinin, daha tercihen 70 ila 97 ağırlık %'sinin, (met)akrilat kopolimerinin (komponent B'nin) ve komponent A'nın bir harmanını ve/veya reaksiyon ürününü içeren (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktünü oluşturmak amacıyla, bir epoksi reçine-amin adüktünün (komponent A'nın) 3 ila 50 ağırlık %'sinin, daha tercihen 3 ila 30 ağırlık %'sinin varlığında serbest radikal polimerizasyonuna tabi tutulduğu bir prosesten elde edilebilir. Komponent (B)'yi ve komponent (A)'yı oluşturan (met)akrilik monomerlerin yüzdelerinin toplamı 100'dür.

Adı geçen reçine-amin adüktü (A), tercihen, epoksi reçinelerinin bir bazik amin epoksi adüktü olup, molekül başına en az bir amino grubu ihtiva eder ve 50 ila 170 mg KOH/g, tercihen 90 ila 130 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahiptir.

Bu komponent (A)'nın tercih edilen bir uygulama şeklinde, alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'si, tercihen 10 ila 20 ağırlık %'si, tercihen, 7 ila 18 karbon atomuna sahip uç veya yan zincirler olarak mevcuttur ve komponent (B) içerisinde aynı şekilde mevcut alifatik kısımlarla özdeştir.

Buluşa uygun bir bileşimin tercih edilen bir uygulama şeklinde, komponentler (A) ve (B) her durumda 7 ila 18 karbon atomuna sahip özdeş alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'sini içerir. Komponentler (A)'dan ve (B)'den her biri içerisinde 7 ila 18 karbon atomuna sahip özdeş alifatik kısımların bir muhteviyatının varlığından ve elde edilen uyumluluktan dolayı, buluşa göre hazırlanan ürünleri esas alan,

pişirilmiş filmlerin özellikleri optimize edilebilir. Bu özellikler parlaklık derecesini, UV direncini, ayrışma direncini, yıkama ajanı direncini ve korozyon direncini kapsayabilir.

- 5 C7 - C18 alifatik kısımları, tercihen, 2-etilheksilamin veya stearilamin gibi alkilaminler kullanılarak, ve/veya karşılık gelen alkil glisidil eterlerin ve/veya alkil glisidil esterlerin epoksi reçine-amin adüktlerinin primer ve/veya sekonder amino gruplarıyla reaksiyonu vasıtasıyla, komponent (A) içerisine dahil edilir. Alifatik kısımlar, 10 ayrıca, yağ alkolleriyle ve/veya yağ aminleriyle semi-bloke edilen veya yarı-bloke edilen diizosiyanatların epoksi reçine-amin adüktleriyle reaksiyonu vasıtasıyla da dahil edilebilirler. Ayrıca, yağ alkollerinin veya yağ asitlerinin komponent (A) içerisine esterifikasyon vasıtasıyla veya alkil glisidil eterlerin ve/veya alkil 15 glisidil esterlerin karboksil gruplarıyla reaksiyonu vasıtasıyla dahil edilmesi olanağı da mevcuttur. Örneğin US 4,992,516 içerisinde tarif edilenler gibi, karşılık gelen yan zincirler taşıyan bileşikler, ayrıca, aromatik epoksi reçinelerinin uzatılması için de kullanılabilir. Aromatik ve alifatik diepoksi reçinelerini veya diğer epoksit 20 bileşiklerini esas alan epoksi reçine-amin adüktleri, ve bunların modifikasyonları literatürde tarif edilmektedir.

Ardıl polimerizasyonda atıl olan, ancak tercihen suyla seyreltilebilen bir çözücü, örneğin alkanoller, glikol eterler veya glikol esterler 25 içerisinde komponent (A)'nın bir çözeltisi, komponent (B)'nin hazırlanması için reaksiyon ortamı olarak işlev görür. Suyla seyreltilebilen terimi altında, mevcut buluşta, bileşik suyla toplam su ve çözücü kütlesi içerisinde en az %30 su kadar bir konsantrasyon

aralığında karıştırıldığında, bir homojen, tek fazlı karışım oluşturmaya izin veren bir çözücü anlaşılır.

Bu hazırlamada, (Ba) sekonder veya tersiyer amino gruplarını; 5 tercihen amino gruplarını ihtiva eden (met)akrilik asit esterlerin 7 ila 20 ağırlık %'sini, (Bb) 2 ila 6 karbon atomuna sahip alkilen radikallerini ve/veya 4 ila 12 karbon atomlarına sahip oksialkilen radikallerini ihtiva eden, diollerle (met)akrilik asidin monoesterlerinin 15 ila 30 ağırlık %'sini, (Bc) alkil radikalleri 1 ila 18 karbon atomu 10 ihtiva eden (met)akrilik asit alkil esterlerin 50 ila 78 ağırlık %'sini, ve (Bd) aromatik vinil monomerlerin, tercihen stirenin 10 ağırlık %'sine kadarını içeren, burada (Ba) ila (Bd)'nin yüzde verilerinin toplamının 100 olması gerektiği bir monomer karışımı, komponent (A)'nın çözeltisi içerisinde bilinen bir şekilde serbest radikal 15 polimerizasyonuna tabi tutulur.

Buluşa göre, komponentler (A)'nın ve (B)'nin reaksiyon karışımı (AB), katılar esas alındığında, komponent (A)'nın 3 ila 50 ağırlık %'sinden, tercihen 3 ila 30 ağırlık %'sinden, daha tercihen 5 ila 20 ağırlık %'sinden, ve komponent (B)'nin 50 ila 97 ağırlık %'sinden, 20 tercihen 70 ila 97 ağırlık %'sinden, daha tercihen 80 ila 95 ağırlık %'sinden oluşmakta olup, burada (A)'nın ve (B)'nin yüzde verilerinin toplamının aynı şekilde 100 olması gerekir.

Başlangıç maddeleri, ayrıca, komponentler (AB) 20 ila 150 mg 25 KOH/g, tercihen 30 ila 90 mg KOH/g, daha tercihen 40 ila 70 mg KOH/g kadar bir amin sayısına; ve 80 ila 150 mg KOH/g kadar bir hidroksil sayısına sahip olacak şekilde, bir miktarlar oranında da seçilir.

N-monoalkil- ve/veya N-dialkil-aminoalkil (met)akrilatlar ve/veya bunlara karşılık gelen N-alkanol bileşikleri, tercihen, azot grupları ihtiva eden monomerler (Ba) olarak kullanılır. Başka bu tür monomerler kullanılırsa, filmlerin sarılaşması, yapışma dayancı, 5 elastikliği açısından özelliklerin istenilen profilinin dikkate alınması gerekir.

Grup (Bb)'nin ve (Bc)'nin monomerleri seçilirken, buluşa göre tercih edilen gerekliliğin, yani monomer karışımının, tercihen, komponent 10 (A) içerisinde mevcut olan radikallerle özdeş olan 7 ila 18 karbon atomuna sahip alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'si, tercihen 10 ila 20 ağırlık %'si mevcut olacak şekilde bir bileşime sahip olmasının dikkate alınması gerekli olabilir. Bu uygulama şeklinin avantajı, iyileştirilmiş dağılılabirliğin temin edilmesidir.

15

Tercih edilen bir uygulama şeklinde, komponent (AB), (a)'nın temin edilmesi için, komponent (b) ile karıştırılmadan önce, bir asitle amino gruplarının kısmi nötralizasyonuna tabi tutulur. Adı geçen asit tercihen formik asit, asetik asit, laktik asit listesinden, veya bunların 20 karışımlarından seçilir. Daha fazla suyun, amino gruplarının nötralizasyonu için dahil edilmesi haricinde, ilave edilmesinden, komponent (b)'nin zayıf su çözünürlüğü açısından kaçınılır.

Bu yüzden, daha tercih edilen bir uygulama şeklinde, komponent 25 (AB), (a)+(b)'nin elde edilmesi için, sadece komponent (b) ile karıştırılmadan sonra, bir asitle amino gruplarının kısmi nötralizasyonuna tabi tutulur.

(AB)'nin (b) ile karıştırılmasından önce, kullanılan yardımcı çözücülerin bazıları ilk olarak uzaklaştırılabilir. Suyla uyumlu olmayan bir yardımcı çözücünün, örneğin ketonların veya aromatiklerin kullanılması durumunda, bu yardımcı çözücünün, su  
5 ilave edilmeden önce, ilk olarak uzaklaştırılması gerekir.

Yukarıda tarif edildiği gibi elde edilebilen, sulu olmayan, suyla seyreltilebilen bileşimler, sonra, sulu kaplama bileşimlerinin hazırlanması için kullanılırlar.

10

Sulu olmayan, suyla seyreltilebilen çözücü (d) içerisinde mevcut, en azından kısmen nötralize edilmiş (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü malzemesi, bileşikler (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak, bileşik (a)'nın 20 ila 80 ağırlık %'si ve bileşik  
15 (b)'nin 80 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktar kullanılarak, etilenik açıdan doymamış bir bileşik (b) ile bir araya getirilir. İsteğe bağlı olarak bir fotoinisiatör (c) ilave edilir. Tercih edilen bir uygulama şeklinde, bileşik (a)'nın 30 ila 70 ağırlık %'si kadar ve bileşik (b)'nin 70 ila 30 ağırlık %'si kadar bir miktar; daha tercihen (a)'nın 40 ila 60  
20 ağırlık %'si kadar ve (b)'nin 40 ağırlık %'si kadar bir miktar; en çok tercihen (a)'nın 50 ağırlık %'si kadar ve (b)'nin 50 ağırlık %'si kadar bir miktar, bileşikler (a)'nın ve (b)'nin toplam ağırlığına göre ifade edilmiş olarak kullanılır.

25 Mevcut buluşun konteksti içerisinde, çok çeşitli etilenik açıdan doymamış bileşikler (b) kullanılabilir. Tipik olarak bunlar (met)akrilatlı bileşiklerdir. Sık olarak bu bileşikler (b), 200-20000 Dalton, tercihen 300-5000 Daltons, daha tercihen 400-4000 Dalton, en

çok tercihen 500-2000 Dalton arasında deęişen bir aęırlık ortalamalı moleküler aęırlıęa sahiptir.

Genellikle, bileşikler (b)'nin (met)akrilik fonksiyonellięinin miktarı 1 ve 10 meq/g, tipik olarak 5 ve 10 meq/g, en tipik olarak 7 ve 10 meq/g  
5 arasındadır.

Buluşaya uygun bir bileşimin tercih edilen bir uygulama şeklinde, (b) bir veya daha fazla üretan (met)akrilat(lar) (b1), polyester (met)akrilat(lar) (b2), poliepoksi (met)akrilat(lar) (b3), polikarbonat  
10 (met)akrilat(lar) (b4), polieter (met)akrilat(lar) (b5), ve poliakrilik (met)akrilat(lar) (b6); tercihen üretan (met)akrilat(lar) (b1), polyester (met)akrilat(lar) (b2) ve/veya poliepoksi (met)akrilat(lar) (b3) arasından seçilir.

Buluşaya uygun bir bileşimin tercih edilen bir uygulama şeklinde, (b)  
15 genellikle bir alifatik veya bir aromatik poliizosiyanatı, muhtemelen ikisinin bir karışımını esas alan bir üretan(met)akrilattır (b1). Üretan (met) akrilatlar ve özellikle de üretan akrilatlar tercih edilir, çünkü bunlar farklı substratlar içerisinde iyi yapışma sağlarlar ve iyi korozyon direnci temin ederler. Üretan akrilatlar, kurlenmiş film  
20 içerisinde iyi denge özellikleriyle ve hidrojen baęı vasıtasıyla kaplanma takviyesi sayesinde üretan sert segmanlarının yararlı varlıęıyla birlikte daha yüksek (met)akrilat fonksiyonellięi sunarlar.

Üretan (met)akrilatlar (b1) tipik olarak en az bir poliizosiyanat (i)'in,  
25 en az bir polimerize edilebilir, etilenik açıdan doymamış, izosiyanat gruplarıyla reaksiyona girebilen en az bir reaktif grup ihtiva eden bileşik (ii)'nin, ve isteęe baęlı olarak, izosiyanat gruplarıyla reaksiyona girebilen en az bir reaktif grup ihtiva eden en az bir dięer

bileşik (iii)'ün reaksiyonundan elde edilir. "Diğer" terimi altında bileşikler (iii)'ün bileşikler (ii)'den farklı oldukları anlaşılır. "İzosiyanat gruplarıyla reaksiyona girebilen reaktif gruplar" genellikle hidroksil gruplarıdır; amino grupları ve/veya tiyol grupları da, ilave üre ve tiyo-üre fonksiyonları sağlamak için kullanılabilir.

Bir poliizosiyanat (i) altında en az iki izosiyanat grubu ihtiva eden bir bileşik anlaşılır. Tipik olarak poliizosiyanat, altıdan fazla izosiyanat grubu, daha tercihen üçten fazla izosiyanat grubu ihtiva etmez. En tipik olarak poliizosiyanat bir diizosiyanattır. Poliizosiyanat genellikle alifatik, sikloalifatik, aromatik ve/veya heterosiklik poliizosiyanatlar veya bunların kombinasyonları arasından seçilir. En tipik olarak (siklo)alifatik ve/veya aromatik poliizosiyanatlar kullanılır.

Kullanılabilen alifatik ve sikloalifatik poliizosiyanatların örnekleri: 1,6-diizosiyanatoheksan (HDI), 1,1'-metilen bis[4-izosiyanatosikloheksan] (H12MDI), 5-izosiyanato-1-izosiyanatometil-1,3,3-trimetilsikloheksan (izoforon diizosiyanat, IPDI)'dir. İki'den fazla izosiyanat grubu ihtiva eden alifatik poliizosiyanatlar örneğin yukarıda bahsedilen diizosiyanatların türevleri, örneğin 1,6-diizosiyanatoheksan biüret ve trimerdir. Aromatik poliizosiyanatların örnekleri 1,4-diizosiyanatobenzen (BDI), 2,4-diizosiyanatotoluen (TDI), 1,1'-metilenbis[4-izosiyanatobenzen] (MDI), ksililen diizosiyanat (XDI), tetrametilsililen diizosiyanat (TMXDI), 1,5-naftalen diizosiyanat (NDI), tolidin diizosiyanat (TODI) ve p-fenilen diizosiyanat (PPDI)'dir.

Uretan (met)akrilat (b1)'in sentezi için kullanılan poliizosiyanat bileşiği (i)'in miktarı genellikle 10 ila 70 ağırlık yüzdesi (ağırlık %'si), tercihen 15 ila 60 ağırlık %'si, ve daha tercihen 20 ila 50 ağırlık %'si aralığındadır. Ağırlık yüzdeleri burada üretan (met)akrilatlar (b1)'in hazırlanması için kullanılan bileşiklerin toplam miktarına göre dir.

Bileşikler (ii) tipik olarak (met)akrilatlı bileşiklerdir. En sık olarak, bunlar, izosiyanat gruplarıyla reaksiyona girebilen esasen tek bir reaktif grup ihtiva eden (met)akrilatlı bileşiklerdir. Bu tür bileşikler, tipik olarak, en az bir doymamış fonksiyon, örneğin akrilik veya metakrilik grupları ve izosiyanatla reaksiyona girebilen bir nükleofilik fonksiyon içerirler. Bu bir hidroksil, amino ve/veya tiyol grubu olabilir, ancak tipik olarak bir hidroksil grubudur.

Tipik bileşikler (ii), hidroksil fonksiyonel (met)akrilatlardır ve daha özellikle (met)akriloil monohidroksi bileşikleridir, veya bir hidroksil grubu ve bir veya daha fazla (met)akriloil grubu içeren bileşiklerdir. Akrlatlar özellikle tercih edilir.

Rezidüel ortalama hidroksil fonksiyonelliği yaklaşık 1 olan (met)akrilik asitle alifatik ve/veya aromatik poliollerin esterifikasyon ürünleri örneğin uygundur.

Uygun hidroksil fonksiyonel (met)akrilatların örnekleri (ii), sınırlayıcı olmamak kaydıyla hidroksietil (met)akrilatı, hidroksipropil (met)akrilatı, hidroksibutil (met)akrilatı, polietilenoksit mono(met)akrilatı, polipropilenoksit mono(met)akrilatı, veya bir halka açma reaksiyonu içerisinde bu hidroksillere katılan laktonlarla veya

laktidlerle daha da reaksiyona giren bu hidroksillenmiş monomerlerden herhangi birilerini kapsarlar.

Rezidüel ortalama hidroksil fonksiyonelliği yaklaşık 1 veya daha  
5 yüksek olan, (met)akrilik asitle alifatik ve/veya aromatik poliollerin esterifikasyon ürünleri de uygundur. (Met)akrilik asidin tri-, tetra-, penta- veya heksahidrik poliollerle veya bunların karışımlarıyla kısmi esterifikasyon ürünleri tercih edilir, ancak bu tür poliollerin etilen oksitle ve/veya propilen oksitle veya bunların karışımlarıyla reaksiyon  
10 ürünlerinin, veya bu tür poliollerin, istenilen rezidüel hidroksil fonksiyonelliğine erişilene kadar bir halka açma reaksiyonu içerisinde bu poliollere katılan laktonlarla veya laktidlerle reaksiyon ürünlerinin kullanımı da mümkündür. Poliollerin (met)akrilasyonunun, (met)akrilat bileşimlerinin bir karışımına ilerlediği ve karışımın  
15 karakterize edilmesi için bir kolay ve uygun yolun, bunun hidroksil değerinin (mg KOH/g'm) ölçülmesi olduğu teknik uzmanlarca bilinir. Uygun bileşikler (ii), örneğin en az bir hidroksi fonksiyonelliğinin serbest kaldığı, doğrusal ve dallanmış poliollerin (met)akrilik esterleridir. En az iki (met)akril fonksiyonu içeren bileşikler, örneğin  
20 gliserol diakrilat, trimetilolpropan diakrilat, pentaeritritol triakrilat, ditrimetilolpropan triakrilat, dipentaeritritol pentaakrilat ve bunların (poli)etoksilenmiş ve/veya (poli)propoksilenmiş eşdeğerleri özellikle tercih edilir. Pentaeritritol triakrilat (PETIA), esasen pentaeritritol diakrilat, pentaeritritol triakrilat ve pentaeritritol tetraakrilat içeren bir  
25 karışım ve bir dipentaeritritol hidroksipentaakrilat (DPHA), esasen dipentaeritritol tetraakrilat, dipentaeritritol pentaakrilat ve dipentaeritritol heksaakrilat içeren bir karışım özellikle tercih edilir.

C1-4 hidroksialkil(met)akrilat-((poli)lakton)t bileşikleri de uygun olup, burada t 1 ile 10 arasında, tercihen 1 ile 5 arasında bir tamsayıdır. Tercihen (poli)lakton bir (poli)kaprolaktondur. Bu kategorideki kullanışlı bileşiklerin örnekleri Tone M100 (Dow  
 5 Chemicals) ve/veya Bisomer PEMCURE 12A'dır (Cognis). Uygun bileşikler (ii)'nin diğer örnekleri C1-4 hidroksialkil(met)akrilat-((poli)laktid)n bileşikleri olup, burada n 1 ile 10 arasında bir tamsayıdır, tercihen n 1 ile 5 arasındadır ve en çok tercihen n 2 ile 4 arasındadır.

10

Bir epoksi fonksiyonelliği taşıyan ve isteğe bağlı olarak ayrıca en az bir (met)akrilik fonksiyonelliği de taşıyan alifatik, sikloalifatik veya aromatik bileşiklerle (met)akrilik asidin reaksiyon ürünleri de uygundur. En az bir karboksilik asit ihtiva eden bir alifatik,  
 15 sikloalifatik veya aromatik bileşiğin en az bir epoksi fonksiyonelliği ve en az bir (met)akrilik fonksiyonelliği taşıyan bir diğer bileşikle reaksiyonundan elde edilen bileşiklerin kullanımı da mümkündür. Bir C9-C11 versatik asidin glisidil esterinin (met)akrilik asitle reaksiyonu özellikle uygundur.

20

Yukarıdakilerden özellikle de poli(met)akriloil mono-hidroksi bileşikleri, veya bir hidroksil grubu ve iki veya daha fazla (met)akriloil grubu içeren bileşikler tercih edilir.

Uretan (met)akrilat (b1)'in sentezi için kullanılan bileşikler (ii)'nin  
 25 miktarı genellikle 10 ila 90 ağırlık %'si, tercihen 40 ila 85 ağırlık %'si ve daha tercihen 50 ila 80 ağırlık %'si aralığında bulunur. Ağırlık yüzdeleri, burada, üretan (met)akrilatlar (b1)'in hazırlanması için kullanılan bileşiklerin toplam ağırlığına göredir.

İsteğe bağlı olarak, diğer hidroksil fonksiyonel bileşikler (iii), buluşun üretan (met)akrilatları (b1)'in hazırlanması için kullanılabilirler. Bileşikler (iii) tipik olarak poliollerdir ve daha da özellikle diollerdir. Genellikle bileşikler (iii) doymuş poliollerdir.

5

Poliol (iii) altında, en az iki hidroksil grubu içeren bir organik bileşik anlaşılır. Poliöl (iii), 300 Dalton'dan daha az, tercihen 200 Dalton'dan daha az bir sayı ortalamalı moleküler ağırlığa sahip, düşük moleküler ağırlıklı poliollerden; en az 300, tercihen en az 400, daha tercihen en az 500 Dalton'luk bir sayı ortalamalı moleküler ağırlığa sahip, yüksek moleküler ağırlıklı poliollerden; veya bunların herhangi 10 karışımlarından seçilebilir. Yüksek moleküler ağırlıklı poliöl (iii), tercihen, en fazla 5000, tercihen en fazla 2000, daha tercihen en fazla 1000 Dalton'luk bir sayı ortalamalı moleküler ağırlığa sahiptir.

15

Uygun düşük moleküler ağırlıklı bileşikler (iii)'ün örnekleri alifatik veya sikloalifatik polioller, örneğin etilenglikol (EG), propilenglikol (PG), sikloheksan dimetanol (CHDM), gliserol (GLY), trimetilolpropan (TMP), ditrimetilolpropan (di-TMP), pentaeritritol 20 (PENTA), dipentaeritritol (di-PENTA), veya herhangi diğer yenilenebilir polioller, örneğin yağ dimeri diolleri, ve benzerleri gibi bileşikler kapsar.

Yüksek moleküler ağırlıklı polioller (iii)'ün örnekleri polyester 25 polioller, polieter polioller, polikarbonat polioller, polibütadien polioller, poliakrilat polioller ve silikon polioller, ve ayrıca bunların kombinasyonlarıdır. 500 Dalton'un üzerinde bir moleküler ağırlığa sahip polyester polioller, polikarbonat polioller ve/veya polieter

polioller tercih edilir. Polihidroksilenmiş polyester polioller özellikle tercih edilir. Bu tür bileşiklerin örnekleri teknikte iyi bilinmektedir.

Mevcut oldukları yerlerde, bileşikler (iii), genellikle, 1 ila 95 ağırlık %'si, tercihen 2 ila 20 ağırlık %'si, daha tercihen 3 ila 10 ağırlık %'si, ve en çok tercihen 5 ila 10 ağırlık %'si kadar bir miktarda kullanılırlar. Ağırlık yüzdeleri burada üretan (met)akrilatlar (b1)'in hazırlanması için kullanılan bileşiklerin toplam miktarına göre dir.

10 Buluşun bir uygulama şeklinde, üretan (met)akrilatlar, yukarıda tanımlandığı gibi, bileşikler (i), (ii) ve isteğe bağlı bileşik (iii)'den hazırlanırlar. Tipik olarak bileşikler (i)'in, (ii)'nin ve (iii)'ün ağırlık yüzdelerinin toplamı %100'e eşittir. Buluşun bir uygulama şeklinde, bileşikler (iii), buluşun üretan (met)akrilatlarının hazırlanması için kullanılırlar. Buluşun yine bir diğer uygulama şeklinde, buluşa uygun bileşikler (b1)'in hazırlanması için bileşikler (iii) kullanılmaz. Yukarıda tarif edildiği gibi, en az bir poliizosiyanat (i)'in ve izosiyanat gruplarıyla reaksiyona girebilen en az bir reaktif grup ihtiva eden en az bir polimerize edilebilir, etilenik açıdan doymamış bileşik (ii)'nin reaksiyonundan elde edilen üretan (met)akrilatlar (b12) özellikle tercih edilir. En tipik üretan (met)akrilatlar (b12), bir poliizosiyanat (i)'in ve akrilat veya metakrilat doymamışlığına sahip bir aktif hidroksil ihtiva eden, etilenik açıdan doymamış bir bileşik (ii)'nin reaksiyon ürünüdür. Tipik olarak, bileşikler (i)'in ve (ii)'nin ağırlık 20 yüzdelerinin toplamı burada %'de 100'e eşittir.

Tipik olarak, buluşta kullanılan üretan (met)akrilatlar (b1) 400 ve 20000 Dalton arasında bir moleküler ağırlığa (MW) sahiptirler.

Genellikle moleküler ağırlık (MW) en fazla 5000 Dalton, tipik olarak en fazla 2000 Dalton, ve en tipik olarak en fazla 1000 Dalton'dur. Moleküler ağırlıklar, polistiren standartlar kullanılarak jel permeasyon kromatografisi vasıtasıyla ölçülebilirler, ancak en tipik olarak bunlar

5 hedef molekülden hesaplanır. İsteğe bağlı olarak buluşun üretan (met)akrilatları (b1), hidroksil fonksiyonlarının rezidüel miktarlarına sahip olabilirler. Genellikle, hidroksil fonksiyonlarının rezidüel miktarı 0 ve 5 meq/g arasındadır. Tipik olarak, hidroksil fonksiyonlarının rezidüel miktarı en fazla 3 meq/g, daha tipik olarak

10 en fazla 1 meq/g'dır. Buluşun özel bir uygulama şeklinde, rezidüel hidroksil fonksiyonları mevcut değildir. Genellikle, (b)'nin (met)akrilik fonksiyonelliğinin miktarı 1 ile 10 meq/g arasında, tipik olarak 5 ile 10 meq/g arasında, en tipik olarak 7 ile 10 meq/g arasındadır.

15

Uygun üretan (met)akrilatlar (b1)'in örnekleri EBECRYL® 1290, EBECRYL® 220, EBECRYL® 270, EBECRYL® 264, EBECRYL® 294/25HD, EBECRYL® 4883, EBECRYL® 5129 ve EBECRYL® 8210 olarak ticarileştirilenlerdir. Bu üretan (met)akrilatlar, bir reaktif

20 seyreltici içerisinde seyreltilebilirler veya diğer (met)akrilatlı bileşiklerle kombinasyon halinde kullanılabilirler.

Buluşa uygun bir bileşimin bir diğer tercih edilen uygulama şeklinde, (b) bir veya daha fazla polyester (met)akrilat(lar) (b2) arasından

25 seçilir. Bu seçmenin avantajı, iyileştirilmiş bir film düzgünlüğünün veya akışının temin edilmesidir. Buluşta tipik olarak kullanılan polyester (met)akrilatlar (b2), en az bir poliöl (iii)'ün ve en az bir etilenik açıdan doymamış karboksilik asit (iv)'ün veya bir uygun

- eşdeğerinin reaksiyonundan elde edilirler. Uygun bileşikler (iv)'ün örnekleri (met)akrilik asidi,  $\beta$ -karboksietil(met)akrilatı, krotonik asidi, izo-krotonik asidi, maleik asidi, fumarik asidi, itakonik asidi, sitrakonik asidi, 3-(met)akrilamido-3-metilbutanoik asidi, 10-  
5 (met)akrilamido-undekanoik asidi, 2-(met)akrilamido-2-hidroksiasetik asidi, vinil asetik asidi ve/veya allil asetik asidi kapsar. Tek başına veya kombinasyon halinde kullanılan akrilik asit ve metakrilik asit tercih edilir.
- 10 Uygun polyester (met)akrilatlar (b2), örneğin, (met)akrilik asitle tamamen esterleştirilmiş olan ve molekül içerisinde bir rezidüel hidroksil fonksiyonelliği ihtiva edebilen alifatik veya aromatik polihidrik poliollerdir; ürünü karakterize etmek için bir kolay ve uygun yol, bu yüzden, hidroksil değerinin (mg KOH/g'ın) ölçümüdür.
- 15 (Met)akrilik asidin di-, tri-, tetra-, penta- ve/veya heksahidrik polioller ve bunların karışımları ile kısmi veya toplam esterifikasyon ürünleri uygundur. Bu tür poliollerin etilen oksitle ve/veya propilen oksitle veya bunların karışımlarıyla reaksiyon ürünlerinin veya bu tür poliollerin bu poliollere bir halka açma reaksiyonunda katılan  
20 laktonlarla ve laktidlerle reaksiyon ürünlerinin kullanımı da mümkündür. Bu kategoriden poli-doymamış bileşiklerin örnekleri dipropilenglikol di-akrilat, trimetilolpropan tri-akrilat, gliserol tri-akrilat, pentaeritritol tetra-akrilat, di-trimetilolpropan tetra-akrilat, di-pentaeritritol heksa-akrilat ve bunların (poli)etoksilenmiş ve/veya  
25 (poli)propoksilenmiş eşdeğerleri, ve ayrıca bunların karışımlarıdır. Bu örneklerden kısmi akrilasyon ürünleri de dikkate alınır.

Daha yüksek bir moleküler ağırlığa, örneğin 500 Dalton'un üzerinde, tercihen 750 Dalton'un üzerinde, daha tercihen 1000 Dalton'un üzerinde bir moleküler ağırlığa (MW) sahip polyester (met)akrilatlar (b2), ayrıca, bir hidroksil grubu ihtiva eden bir polyesterin (met)akrilik asitle reaksiyona girmesi vasıtasıyla, veya bir karboksilik asit grubu ihtiva eden polyesterin bir hidroksialkil (met)akrilatla, örneğin 2-hidroksietil akrilatla, 2- veya 3-hidroksipropil akrilatla, ve benzeriyle, veya glisidil (met)akrilatla reaksiyona girmesi vasıtasıyla da elde edilebilir. Polyester iskeleti geleneksel bir yolla en az bir mono- ve/veya polihidroksi alkolün, örneğin etilen glikolün, propilen glikolün, butandiolün, neopentil glikolün, heksandiolün, trimetilolpropanın, bisfenol A'nın, pentaeritritolün, ve benzerinin, veya/ve bunların etoksilatlarının ve/veya propoksilatlarının en az bir mono- ve/veya polikarboksilik asitle, örneğin adipik asitle, ftalik asitle, izoftalik asitle, tereftalik asitle, trimellitik asitle, ve benzeriyle polikondensasyonu vasıtasıyla elde edilebilir. Polyester sentezi için doymamış bileşikler, örneğin fumarik asit, maleik asit, itakonik asit, ve benzeri kullanılarak, polimer zincirinde hem (met)akrilik, hem de etilenik doymamışlıklar taşıyan polyesterler elde edilebilir. İlâveten, polilaktonlar ve/veya polilaktidler, polyester iskeleti olarak kullanılabilir. Örneğin,  $\epsilon$ -kaprolaktonun isteğe bağlı olarak bir veya daha fazla polihidroksi alkol varlığında halka açma polimerizasyonu vasıtasıyla elde edilen poli( $\epsilon$ -kaprolakton) kullanılabilir. Buluşun özel bir uygulama şeklinde, polyester (met)akrilat (b2) bir alkiddir, daha da özellikle bir (met)akrilatlı alkiddir. Buluşun bir diğer uygulama şeklinde, polyester (met)akrilat (b2) bir alkid değildir, daha da özellikle bir (met)akrilatlı alkid değildir. Bir alkid yapısı kullanılarak, parlak yüzey bitişleri gibi, bunun tipik kaplama özelliklerinin,

yenilenebilir hammaddelerin (yağ asitlerinin) artmış bir muhteviyatıyla birlikte kapsanması mümkündür.

Tipik olarak polyester (met)akrilatlar (b2), 200 ile 20000 Dalton arasında bir moleküler ağırlığa (MW) sahiptir. Genellikle, moleküler ağırlık (MW) en fazla 5000 Dalton, tipik olarak en fazla 1000 Dalton, en tipik olarak en fazla 500 Dalton'dur.

Uygun polyester akrilatlar (b2) örneğin EBECRYL®800, EBECRYL®830 ve EBECRYL®884 olarak ticarileştirilmiş olanlardır.

Buluşa uygun bir bileşimin bir diğer tercih edilen uygulama şeklinde, (b) bir veya daha fazla poliepoksi (met)akrilat(lar) (b3) arasından seçilir. Bu seçmenin avantajı, korozyon direncinin iyileştirilmiş olmasıdır.

Buluştaki kullanılan poliepoksi (met)akrilatlar (b3), yukarıda tarif edildiği gibi, (met)akrilik asidin veya benzerinin, poliepoksitlerle, yani en az iki epoksit fonksiyonu içeren bileşiklerle reaksiyonundan elde edilebilir. Poliepoksitler genellikle aromatik veya alifatik alkollerin, poliollerin glisidil eterlerinden ve sikloalifatik poliepoksitlerden seçilir. Tercih edilen epoksitler aromatik, alifatik ve/veya sikloalifatik diollerin diglisidil eterleridir, örneğin bisfenol-A diglisidil eter, bisfenol-F diglisidil eter, poli(etilen oksit-ko-propilen oksit) diglisidil eter, polipropilen oksit diglisidil eter, heksandiol diglisidil eter, pentandiol diglisidil eter, butandiol diglisidil eterdir. Bisfenol-A diglisidil eter özellikle tercih edilir. Ayrıca epoksidize doymamış yağ

asidi trigliseridleri veya epoksidize novolaklar da kullanılabilir. Örnekler epoksidize soya yağı, epoksidize kastor yağı, epoksidize bezir yağı ve benzerini kapsar.

- 5 Buluşta kullanılan polieter (met)akrilatlar (b4), hidroksi fonksiyonel polieterlerin etilenik açıdan doymamış, karboksilik asit benzeri bir (met)akrilik asitle esterifikasyonu vasıtasıyla hazırlanabilir. Daha fazla örnek için - yukarıdaki bileşikler (iv)'e bakınız. Polieter bir rastgele veya bir blok kopolimer (genellikle diblok veya triblok)  
10 olabilir.

Hidroksi fonksiyonel polieterler, tetrahidrofur, etilen oksit ve/veya propilen oksit gibi siklik eterlerin halka açma homo- veya kopolimerizasyonu vasıtasıyla elde edilirler, veya polihidroksi  
15 alkollerin etilen oksitle ve/veya propilen oksitle reaksiyona sokulması vasıtasıyla hazırlanabilirler. Buluşta kullanılan polikarbonat (met)akrilatlar (b5), hidroksi fonksiyonel polikarbonatların etilenik açıdan doymamış, karboksilik asit benzeri bir (met)akrilik asitle esterifikasyonu vasıtasıyla hazırlanabilir. Daha fazla örnek için -  
20 yukarıdaki bileşikler (iv)'e bakınız.

Buluşta kullanılan poli(met)akrilik (met)akrilatlar (b6), termal radikal başlatıcılar, transfer ajanları ve isteğe bağlı çözücüler varlığında (met)akrilik monomerlerin radikal polimerizasyonu vasıtasıyla hazırlanabilir; uygun mono- veya poli- (met)akrilatlı bileşiklerle ardıl  
25 aşılamaı sağlamak için, bir kimyasal fonksiyonellik akrilik iskeleti üzerine dahil edilir. Örneğin, (met)akrilik oligomer, karboksilik asit fonksiyonelliğini taşır ve glisidil (met)akrilatla aşılır (veya bunun

tam tersi doğrudur). Bu tip uygun (met)akrilatlı (met)akrilikler, EBECRYL®1200 olarak ticarileştirilmiştir.

5 Ozel bir uygulama şeklinde, buluşun bileşimleri, yukarıda tarif edildiği gibi, en az bir üretan(met)akrilat (b1) ve yukarıda tarif edildiği gibi, isteğe bağlı olarak en az bir polyester (met)akrilat (b2) içerirler.

10 Bir diğer özel uygulama şeklinde, buluşun bileşimleri, yukarıda tarif edildiği gibi, en az bir polyester (met)akrilat (b2) içerirler.

15 Yine bir diğer özel uygulama şeklinde, buluşun bileşimleri, yukarıda tarif edildiği gibi, en az bir üretan (met)akrilat (b1) ve en az bir polyester (met)akrilat, daha özellikle en az bir polyester (met)akrilat (b2) içerirler.

20 Buluşun bir uygulama şeklinde, buluşun bileşimleri, tipik olarak, yukarıda tarif edildiği gibi üretan (met)akrilatlar (b1), polyester (met)akrilatlar (b2), poliepoksi (met)akrilatlar (b3), polieter (met)akrilatlar (b4), polikarbonat (met)akrilatlar (b5) ve/veya poli(met)akrilik (met)akrilatlar (b6) grubunun iki veya daha fazla üyesinden seçilen iki veya daha fazla bileşik (b)'yi içerirler. Muhtemelen, farklı tipte iki üretan (met)akrilat (b1) mevcuttur.

25 Buluşun bir bileşiminin tercih edilen bir uygulama şeklinde, toplam katı bileşim (a) ve (b) esas alınarak ifade edilen (met)akrilat fonksiyonelliği miktarı 0.2 ila 8 meq/q, daha tercihen 0.3 ila 7 meq/q, hatta daha da tercihen 0.4 ila 6 meq/q, en çok tercihen 0.5 ila 5 meq/g'dır.

(a) ve (b) karışımı, isteğe bağlı olarak bir veya daha fazla fotoinisiatör (c2) ile, kullanılan yardımcı çözücünün bir kısmının uzaklaştırılmasından sonra ve/veya amino gruplarının asitlerle, tercihen formik, asetik veya laktik asitle kısmi nötralizasyonundan sonra karıştırılır. Adı geçen fotoinisiatör (c2), fotoinisiatör (c1) ile  
5 aynı veya bundan farklı olabilir. Uygun fotoinisiatörlerin örnekleri Irgacure® 500 ve Irgacure 819DW, Esacure KIP EM, Esacure DP 250'dir.

10 (a)'nın ve muhtemelen (b)'nin amino grupları tipik olarak bir asitle protonlanırlar. Adı geçen asit tercihen formik asit, asetik asit, laktik asit listesinden veya bunların karışımlarından seçilir.

Buluşa uygun bir prosesin tercih edilen bir uygulama şeklinde,  
15 (met)akrilik modifiye amin epoksi adüktü malzemesi (a), bir epoksi reçine-amin adüktü (A) ve bir (met)akrilat kopolimeri (B) esas alınarak aşağıdaki gibi hazırlanır:

(A) 50 ila 170 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahip olan ve  
20 reaksiyona atıl olan, (tercihen suyla seyreltilebilen) bir çözücü içerisinde tercihen 10 ila 40 ağırlık %'si gücünde bir çözelti olarak mevcut olan, epoksi reçinelerinin bir bazik adüktünün, katılar esaslı 3 ila 30 ağırlık %'si (komponent A), ve

(B) aşağıdakileri içeren bir monomer karışımının 70 ila 97 ağırlık  
25 %'si:

(Ba) sekonder veya tersiyer amino grupları, tercihen tersiyer amino grupları ihtiva eden (met)akrilik asit esterlerin 7 ila 20 ağırlık %'si,

(Bb) 2 ila 6 karbon atomuna sahip alkilen radikalleri ve/veya 4 ila 12 karbon atomuna sahip oksialkilen radikalleri ihtiva eden, diollerle (met)akrilik asidin monoesterlerinin 15 ila 30 ağırlık %'si,

(Bc) alkil radikalleri 1 ila 18 karbon atomu ihtiva eden (met)akrilik asit alkil esterlerin 50 ila 78 ağırlık %'si, ve

(Bd) aromatik vinil monomerlerin 10 ağırlık %'sine kadarı (komponent B)

bir serbest radikal polimerizasyonuna tabi tutulur, böylece (AB) elde edilir, ve bu şekilde elde edilen (AB) en azından kısmen nötralize edilir, böylece, komponent (AB)'nin 30 ila 90 mg KOH/g kadar bir amin sayısına ve 80 ila 150 mg KOH/g kadar bir hidroksil sayısına sahip olması şartıyla, ve komponentler (A)'nın ve (B)'nin, sırasıyla (Ba) ila (Bd)'nin yüzde verilerinin toplamının her defa 100 olması şartıyla, (a) temin edilir.

Tercih edilen bir uygulamada, komponentler (A) ve (B) her durumda, 7 ila 18 karbon atomuna sahip özdeş alifatik kısımların en az 5 ağırlık %'sini içerirler.

20

Buluşun bir prosesinin tercih edilen bir uygulama şeklinde, N-monoalkil- veya N-dialkil-aminoalkil (met)akrilatlar veya bunlara karşılık gelen N-alkanol bileşikleri, komponent (Bb) olarak kullanılır.

Buluşun bir prosesinin tercih edilen bir uygulama şeklinde, komponent (A) 5 ila 20 ağırlık %'si kadar bir miktarda mevcuttur ve 90 ila 130 mg KOH/g kadar bir amin sayısına sahiptir, komponent (B) 80 ila 95 ağırlık %'si kadar bir miktarda mevcuttur, ve komponent (AB)'nin amin sayısı 40 ila 70 mg KOH/g'dır.

Komponent (AB), komponent (b) ile karıştırma öncesinde veya sonrasında (a)'nın temin edilmesi için kısmen nötralize edilebilir. Bir sulu kaplama bileşimi, bir birinci adımda (a)'nın temin edilmesi ve bunun (b) ile karıştırılması; veya alternatif olarak ilk önce (AB)'nin (b) ile karıştırılması için, (AB)'nin en azından kısmen nötralize edilmesi vasıtasıyla, ve ardından, (a)'nın elde edilmesi için, (AB)'nin kısmen nötralize edilmesi vasıtasıyla elde edilebilir. Tercihen, sadece, bir asitle katyonik grupların nötralizasyonu için gerek duyulan su miktarı kullanılır.

10

Bu kaplama bileşimi, son olarak bilinen bir şekilde, deiyonize suyla, daha da işleminden geçirmek için uygun bir katı muhteviyatına seyreltilir. Kaplamaların hazırlanması için ardıl proses adımları teknik bir uzman tarafından bilinir.

15 Bileşimin bu şekilde kullanılması mümkündür; alternatif olarak bileşim içerisinde mevcut herhangi çözücü uzaklaştırılabilir.

Akış modifiye ediciler veya düzleştirme ajanları ve pigmentler gibi, kaplama bileşimlerinde genellikle kullanılan aditifler, bileşime ilave edilebilir.

20 İsteğe bağlı olarak diğer komponentler, buluşun sulu kaplama bileşimlerine ilave edilebilirler. Katyonik elektrobirikim (CED) uygulanan kaplamaların korozyon direncinin daha da iyileştirilmesi için, bizmut oksidin alkil sülfonik asitle, laktik asitle veya dimetilol propiyonik asitle reaksiyon ürünleri kullanılabilir.

25

Substrat ısıya duyarlı değilse, bir ikili kütleme mümkündür. Bu amaç için, çapraz bağlama komponentleri (C) ilave edilebilir. Komponentler

(C) tipik olarak hidrofilik veya hifrofobik çapraz bağlama ajanlarıdır, bunlar, biriktirilen kaplama filmlerinin transesterifikasyonu, transesterifikasyonu veya transüretanizasyonu vasıtasıyla kürlemeyi etkilerler. Uygun dış çapraz bağlama komponentleri (C) (bloke)  
5 poliizosiyanatlar ve/veya amino reçineleridir (ticari isim Cymel®).

İsteğe bağlı olarak, tercihen dipropilen glikol metil eter (Dowanol™ DPM\*) ve/veya dietilen glikol metil eter (Dowanol™ DM\*) (\*Dow Chemical Company'den elde edilebilir) gibi, oksijen ihtiva eden  
10 tiplerden seçilen bir ko-solvent ilave edilebilir.

Buluşun bir uygulama şekline göre kaplama bileşimleri, avantaj sağlayacak şekilde, katotta biriktirilebilecek ve ultraviyole ışınımıyla kürlenebilecek şekilde kullanılabilir. Bunlar, özellikle de, plastikler  
15 gibi, sıcaklığa duyarlı malzemelerin düşük sıcaklıkta kaplanması için uygundur.

Mevcut buluşa uygun bileşim ve proses avantajlıdır, çünkü bunlar düşük uçucu organik muhteviyatına (VOC), yüksek bir katı  
20 muhteviyatına, düşük bir viskoziteye, düşük bir partikül boyutuna, mükemmel bir stabiliteye ve düşük bir film oluşturma sıcaklığına sahip dispersiyonlar temin edebilirler. Tipik olarak, buluşun bileşimleri aşağıdakilerden biriyle veya daha fazlasıyla karakterize edilir:

25

- 25 ağırlık %'si ile 45 ağırlık %'si arasında, tercihen 30 ağırlık %'si ile 45 ağırlık %'si arasında, en çok tercihen 35 ağırlık %'si ile 45 ağırlık %'si arasında bir katı muhteviyatı,

- 20 ile 2000 mPa.s arasında, tercihen 20 ile 1000 mPa.s arasında, en çok tercihen 20 ile 500 mPa.s arasında bir Brookfield viskozitesi,
- 1 ile 9 arasında, tercihen 3 ile 7 arasında, en çok tercihen 4 ile 6 arasında bir pH,
- 5 - 20 ile 200 nm arasında, en çok tercihen 50 ile 100 nm arasında bir ortalama partikül boyutu,
- 20°C'nin altında, tercihen 10°C'nin altında, en çok tercihen 0°C'nin altında bir minimum film oluşturma sıcaklığı.
- 10 Buluşa uygun kaplama bileşimi, püskürtme, daldırma ve yuvarlama dahil, teknikte iyi bilinen standart uygulama teknikleri vasıtasıyla uygulanabilir. Kaplama bileşimi, ayrıca, suyla daha da seyreltilebilir. Buluşa uygun kaplama bileşimleri, özellikle de, ışınımla kürlemenin takip ettiği katyonik elektrobirikim uygulamaları için uygundur.
- 15 Kaplama bileşimleri, teknikte bilinen bileşimlerden daha yüksek bir reaktiviteyle ve daha iyi bir uyumlulukla karakterize edilirler. Buluşa uygun kaplama bileşimleri, iyi mekanik özelliklere ve ayrıca artmış bir adezyona ve korozyon direncine sahip kaplamaların elde edilmesine izin verirler.

20

## ORNEKLER

Ornekler 1-4, kıyaslama örnekleri CE1-CE4

25 Bir amin epoksi adüktü (A)'nın hazırlanması

Adım I: 103 g dietilentriamin 4 saat 60 °C'de 170 g metoksipropanol içerisinde 577 g 2-etilheksilglisidil eterle reaksiyona sokulur.

Ardından bir 190 g bisfenol A-diglisidil eter ve 48 g metoksipropanol karışımı 2 saat içerisinde 60 °C'de ilave edilir ve bu sıcaklıkta 3 saat reaksiyona sokulur. Elde edilen ara ürünün katı muhteviyatı %80'dir.

- 5 Adım II: Yukarıda tarif edildiği gibi hazırlanan epoksi amin adüktü ara ürününün 652 g'ı, bir bisfenol A diglisidil eterin 570 g'ıyla, 77 g 2-etilheksilaminle ve 162 g metoksipropanolle 60 °C'de, tüm primer NH grupları tepkiyene kadar reaksiyona sokulur. Ardından metoksipropanol içerisinde bisfenol A diglisidil eterin bir %75'lik
- 10 çözeltisinin 1330 g'ı ve 189 g dietanolamin, tüm NH grupları tepkiyene kadar ilave edilir.

- Bir son adımda, 78 g N,N-dietilaminopropilamin ilave edilir ve 120 °C'de tüm epoksi grupları tepkiyene kadar reaksiyona sokulur.
- 15 Epoksinin belirlenmesi ISO 3001 kullanılarak yürütülebilir. Bu şekilde elde edilen ürün, metoksipropanolle %65'lik bir katı muhteviyatına seyreltilir.

#### Akril modifiye epoksi amin adüktü (AB)'nin hazırlanması

20

- Yukarıda tarif edildiği gibi hazırlanan amin epoksi adüktünün 308 kısmı ve 444 kısım metoksipropanol karıştırılır ve 85 °C'ye kadar ısıtılır. 4 saat boyunca, 84 kısım dimetilaminoetilmetakrilattan, 159 kısım 2-hidroksietilmetakrilattan, 306 kısım n-butilmetakrilattan, 106
- 25 kısım metilmetakrilattan, 145 kısım 2-etilheksilakrilattan, 24 kısım azobisizobutironitrilden ve 2 kısım dodesilmerkaptandan oluşan bir karışım 4 saat boyunca ilave edilir. Ardından, sıcaklık 90 °C'ye yükseltilir ve 2 saat bu sıcaklıkta muhafaza edilir. Sonra, 10 kısım

daha azobisisobutironitril ilave edilir ve reaksiyon 90 °C'de, gaz kromatografisiyle ölçülebilen serbest monomer muhteviyatı %0.5'in altına düşene kadar tutulur. Elde edilen akril modifiye epoksi amin adüktü, %20 epoksi-amin ve %80 akrilik modifikasyonuna sahip bir akrilik modifiye epoksi-amin adüktüdür.

### Uretan akrilatlar (b)

(b1) Aromatik poliizosiyanat esaslı bir Allnex mülkiyetinde üretan akrilat olan Ebecryl®220.

(b2) Alifatik poliizosiyanat esaslı bir Allnex mülkiyetinde üretan akrilat olan Ebecryl®1290.

### UV ile kürlenebilen, elektrobirikimli kaplama bileşimleri

15

#### Ornek 1 (1.1 ve 1.2)

740 kısım (AB) ve (AB)'nin (b)'ye 60:40 kadar bir katı oranıyla uyumlu olarak 320 kısım (b1), suda %30'luk asetik asidin 48 kısmıyla nötralize edilir, böylece bir (a1)+(b1) karışımı temin edilir. Ardından, su porsiyonları, 50 °C'de saniye başına yaklaşık 140 kadar bir kesme hızıyla karıştırılarak, 40 ağırlık %'si kadar bir katı muhteviyatına erişilene kadar ilave edilir. Bir Malvern Zetasizer ile ölçülen partikül boyutu 175 nm'dir. Elde edilen ürün 1.1 olarak adlandırılır. %40'luk çözelti suyla %15'e daha da seyreltilir (1.2 olarak adlandırılır).

25

#### Ornek 2 (2.1 ve 2.2)

Yukarıda tarif edildiği gibi başlatıcısız (1.1 ve 1.2) hazırlanan dispersiyon numunelerine 32 g fotoinisiatör Irgacure® 500 ilave edilir. Katı muhteviyatı sırasıyla %40 ve %15 olan numuneler 2.1 ve 2.2 olarak adlandırılır.

5

### Ornek 3 (3.1 ve 3.2)

370 kısım (AB) ve (AB)'nin (b2)'ye 30:70 kadar bir katı oranıyla uyumlu olarak 560 kısım (b2), suda %30'luk laktik asidin 50 kısmıyla nötrale edilir. Ardından, su porsiyonları, 50 °C'de saniye başına yaklaşık 140 kadar bir kesme hızıyla karıştırılarak, 40 ağırlık %'si kadar bir katı muhteviyatına erişilene kadar ilave edilir. %15 kadar katı muhteviyatına seyreltme Deney 1 ve 2'de yapılır. Fotoinisiatörsüz elde edilen ürünler 3.1 ve 3.2 olarak adlandırılır.

15

### Ornek 4 (4.1 ve 4.2)

Deneyle elde edilen numunelere bir fotoinisiatör Irgacure®500'ün 3.32 g'ı ilave edilir. Elde edilen numuneler 4.1 ve 4.2 olarak adlandırılır.

20

### Kıyaslama deneyleri (CE1-CE4)

US 6,232,364 B1'in örneği 1'e göre başlatıcılı veya başlatıcısız olarak bir bileşim hazırlanır. Numuneler CE1 ve CE3, sırasıyla, başlatıcısız veya başlatıcılı olarak bir 40 ağırlık %'si katı muhteviyatlı numuneyi gösterirler. Numuneler CE2 ve CE4, sırasıyla, başlatıcısız veya

25

başlatıcı olarak bir 15 ağırlık %'si katı muhteviyatlı numuneyi gösterirler.

Her boynunda bir karıştırıcıyla, yoğuşturucuyla, termometreyle ve  
5 damlama hunisiyle teçhiz edilmiş bir dört boyunlu balon içerisine  
heksametilen diizosiyanatın trimerinin (izosiyanatının) 200 g'ı ve 135  
g ksilen yerleştirilir. 116 g 2-hidroksietil akrilattan; bir katalizör  
olarak 0,46 g dibutil kalay dilaurattan ve bir polimerizasyon inhibitörü  
olarak 0,1 g metokinondan oluşan bir karışım, 10 dakika boyunca  
10 sabit bir hızla karıştırılarak damlama hunisi vasıtasıyla damla damla  
ilave edilir. Karışım 90 dakika daha karıştırılır, bu sırada sıcaklık 40  
°C'de veya daha düşük bir sıcaklıkta tutulur, böylece istenilen bir  
akrilat çözeltisi elde edilir. İzosiyanat grubunun reaksiyonunun  
tamamlanması, infrared absorpsiyon spektrumları vasıtasıyla, 2270  
15 cm<sup>-1</sup>'de pikin kaybolmasıyla doğrulanır.

Bir çözücü olarak 300 g izopropil alkole 40 g dimetilaminoetil  
metakrilat, 100 g 2-hidroksietil metakrilat, 90 g 2-etilheksil akrilat, 50  
g n-butil metakrilat ve 145 g metil metakrilat, ve 75 g stiren ilave  
20 edilir. Ardından, kombinasyon fotopolimerizasyon başlatıcıları, yani 1  
g 1-hidroksi-sikloheksil fenil keton ve 4 g 2-hidroksi-2-metil-1-  
fenilpropan-1-on, bir fotoinisiatör içeren numunelere (numuneler  
CE3'e ve CE4'e) ilave edilir.

25 Elde edilen karışım, birinci paragraf içerisinde tarif edildiği gibi bir  
karıştırıcıyla ve diğerleriyle teçhiz edilmiş bir 4 boyunlu balon  
içerisine yerleştirilir ve karıştırılarak ısıtılır. Akış başladıktan sonra,  
aynı komponentlerin karışımının bir eşdeğer miktarı damlama hunisi

vasıtasıyla damla damla homojen bir şekilde 90 dakika boyunca ilave edilir, ve karışım 85 °C'de 4 saat boyunca karıştırılır, böylece katyonik elektrobirikim özelliğine sahip bir kopolimer reçine çözeltisi elde edilir. Bu kopolimerin ortalama moleküler ağırlığı 26000 olup, bu  
5 GPC ile doğrulanır.

Önceki paragrafta tarif edildiği gibi hazırlanan kopolimer çözeltisi (91 g), 1,9 g laktik asitle nötralize edilir. Birinci paragrafta göre hazırlanan akrilat çözeltisi (71,4 g) ve bir fotopolimerizasyon başlatıcısı olarak 1  
10 g 2-hidroksi-2-metilpropiyofenon karıştırılarak ilave edilir. Ardından, karışım, karıştırılarak iyon değiştirme suyu ilave edilerek toplamda 1 litreye tamamlanır, böylece katyonik elektrobirikim için ultraviyole ışınımıyla kürlenebilen kaplama bileşimi elde edilir.

#### 15 Performans testleri

%40 kaplama bileşimleri (1.1, 2.1, 3.1, 4.1, CE1 ve CE3) aşağıdaki gibi test edilir: ıslak film kalınlığı 300 µm olan, cam üzerine bir boşalım 5 dakika 90 °C'de önceden kurutulur ve ardından UV ile  
20 kürlenir (Hg-lambası standart koşulları: 120 W/cm ve 5 m/dakika'lık bir hız), böylece 80 µm'lik bir kuru film kalınlığı elde edilir. Film kürlenmiştir ve 25 saniye'lik bir sarkaç sertliğine sahiptir. Cam üzerine yapışma çok iyidir.

25 %15'lik çözeltiler (1.2, 2.2, 3.2, 4.2, CE2 ve CE4), Zn fosfat paneller üzerine 2 dakika için 100 Volt'da katyonik elektrobirikimle bırakılır. Elektrobirikimli film 90 °C'de önceden kurutulur ve boşalım testindeki aynı koşullar altında UV ile kürlenir. Adezyon, çapraz

kesme testiyle ölçüldüğünde, mükemmeldir (değer 0); kaplanan paneller, ASTM-B 117-64 izlenerek tuz püskürtme haznesi içerisinde test edilirler. Bu ise 500 saat sonra 3 mm'lik bir delaminasyon verir.

Tablo 1: Farklı substratlar üzerinde performans testleri

Örnek	Başlatıcı (Evet/Hayır)	Katı muhtevisiyatı (%)	Kaplama uygulaması	Partikül boyutu (nm)	Sarkaç sertliği (s)	Cam adezyonu	Metal adezyonu, çapraz kesme	Tuz püskürtme testi 500saat, delaminasyon (mm)
1.1	Hayır	40	Boşalım (cam)	175	25	İyi		
1.2	Hayır	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	170			0-1	3
2.1	Evet	40	Boşalım (cam)	160	140	İyi		
2.2	Evet	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	165			0	1
3.1	Hayır	40	Boşalım	150	20	İyi		

			(cam)					
3.2	Hayır	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	150			0	4
4.1	Evet	40	Boşalım (cam)	155	130	İyi		
4.2	Evet	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	155			0	2
CE1	Hayır	40	Boşalım (cam)	140	Yapışkan	Hayır		
CE2	Hayır	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	140			Mevcut değil	Tam delaminasyon
CE3	Evet	40	Boşalım	140	90	Orta		

			(cam)					
CE4	Evet	15	Elektrobirikim (çelik paneller)	140			1	25

Ornekler 5-6 ve kıyaslama örnekleri CE5 ve CE6

Ornek 5, Ornek 1'in %40 dispersiyonudur; yani fotoinisiyatör içermez.

5

Ornek 6, Ornek 5'in %40 dispersiyonu olup, buna bir fotoinisiyatör olan Irgacure® 500'ün 32 g'ı ilave edilir.

Bu bileşimler, önceden tarif edildiği gibi, US 6,232,364 B1'in örneği  
10 1'e göre hazırlanan bir bileşimle kıyaslanırlar. Başlatıcıyla elde edilen bileşime, CE5 olarak kısaltılan kıyaslama örneği olarak atfedilir.

Kıyaslama bileşimi CE6, örnek 1'de (birinci kısımda) tarif edildiği gibi, modifiye edilmemiş saf amino epoksi adüktü (A)'yı esas alır:

15 740 kısım (A) ve (A)'nın (b2)'ye 60:40 kadar bir katı oranıyla uyumlu olarak 320 kısım (b2), suda %30'luk asetik asidin 48 kısmıyla nötralize edilir, böylece bir karışım temin edilir. Ardından, su porsiyonları, 50 °C'de saniye başına yaklaşık 140 kadar bir kesme hızıyla karıştırılarak, 40 ağırlık %'si kadar bir katı muhteviyatına  
20 erişilene kadar ilave edilir. Bir Malvern Zetasizer ile ölçülen partikül boyutu 195 nm'dir. %40'lık çözelti suyla %15'e daha da seyreltilir. Yukarıda tarif edilen numuneye, 32 g fotoinisiyatör Irgacure® 500 ilave edilir.

25 Performans testleri, yukarıda tarif edilen bileşimlerden elde edilen kaplamalar üzerinde yürütülür. Bir cam plaka üzerinde sarkaç sertliği test edilir. Korozyon direnci, 15 µm kuru film kalınlığında, Zn fosfat

çelik ve boş çelik üzerinde biriktirilmiş bir kaplama için ASTM B 117'ye göre test edilir. Sonuçlar Tablo 2'de özetlenir.

Tablo 2: Farklı substratlar üzerinde performans testleri

5

Test	Örnek 5	Örnek 6	CE5	CE6
Görünüş	İyi	İyi	İyi	İyi
Homojenlik	İyi	İyi	İyi	İyi
Cam plaka üzerinde sarkaç setliği (saniye)	25	150	90	70
Zn fosfat çelik korozyon direnci (saat)	360	500	120	240
Zn boş çelik korozyon direnci (saat)	120	120	24	24

Örnek 7

7.1 Alternatif modifiye epoksi reçine-amin adüktleri

10

7.1.1 Alifatik gruplar taşıyan modifiye ediciler (V1 ila V3)'ün hazırlanması

Modifiye edici (V1): 577 g (3.1 mol) 2-etilheksil glisidil eter, bir 103 g (1 mol) dietilentriamin ve 170 g metoksiopropanol çözeltilisine 60 °C'de 2 saat boyunca ilave edilir, ve karışım reaksiyona sokulur. Bir 190 g bisfenol A epoksi reçinesi (epoksi reçinesinin epoksit eşdeğer ağırlığı (EEW) yaklaşık 190'dır) ve 48 g metoksiopropanol karışımı ardından 60 °C'de 2 saat boyunca ilave edilir. Katı reçine muhteviyatı 80 ağırlık %'sidir.

Modifiye edici (V2): 129 g metoksiopropanol içerisinde 1010 g (3.1 mol) stearil glisidil eter, bir 103 g (1 mol) dietilentriamin ve 150 g metoksiopropanol çözeltilisine 60 °C'de 2 saat boyunca ilave edilir. Bir 190 g bisfenol A epoksi reçinesi (EEW 190'dır) ve 48 g metoksiopropanol karışımı ardından 60 °C'de 2 saat boyunca ilave edilir. Katı reçine muhteviyatı 80 ağırlık %'sidir.

Modifiye edici (V3): 372 g (2 mol) etilheksil glisidil eter, bir 104 g (1 mol) aminoetiletanolamin ve 119 g metoksiopropanol çözeltilisine 60 °C'de 2 saat boyunca ilave edilir. Katı reçine muhteviyatı 80 ağırlık %'sidir.

7.1.2. Diğer komponentler (A)'nın: (A1) ila (A4)'ün hazırlanması

Komponent (A1): %80 güce sahip, 652 g (0.6 mol) modifiye edici (V1), 570 g bisfenol A diepoksi reçinesi (EEW 190'dır), 77 g (0,6 mol) 2-etilheksilamin ve 162 g metoksiopropanol 60 °C'de bir birinci reaksiyon aşamasında uygun bir reaksiyon kazanı içerisinde, NH-fonksiyonelliği tamamen dönüştürülene kadar reaksiyona sokulur. Metoksiopropanol içerisinde bir bisfenol A dieoksi reçinesinin (EEW 475'tir) %70 gücünde bir çözeltilisinin 1357 g'ı (2 molü) ve 189 g (1,8

mol) dietanolamin ardından ilave edilir, ve karışım, NH-fonksiyonelliği dönüştürülene kadar, yine reaksiyona sokulur. Bir üçüncü reaksiyon aşamasında, geriye kalan oksiran grupları 78 g (1,66 mol) N,N-dietilaminopropilaminle 60 °C'de 2 saat, 90 °C'de bir saat daha ve 120 °C'de 3 saat daha reaksiyona sokulur, ve karışım, metoksiopropanolle, %65'lik bir katı reçine muhteviyatına seyreltilir.

Komponentler (A2) ila (A4): Komponentler (A2) ila (A4), (A1)'de olduğu gibi aynı şekilde, Tablo 3'de özetlenen verilerden hazırlanır.

10 Komponent (A3) durumunda, reaksiyon aşaması 4, reaksiyon aşaması 3'den sonra metoksiopropanol ve bir polioksipropilen glikol glisidil eter (EEW 200'dür, ticari ismi DER® 736, Dow Chemical'dır) 120 °C'de ilave edilecek ve bu sıcaklıkta 3 ila 5 saat tutulacak şekilde yürütülür.

15 Komponent (A5): 500 g bisfenol A diepoksi reçinesi (EEW yaklaşık 500'dür), 214 g metoksiopropanol içerisinde çözünür ve ftalik anhidridin ve 2-etilheksanolün bir yarım esterinin 83 g'ıyla (0.3 molü), 110 °C'de, katalizör olarak 0.5 g trietilamin varlığında reaksiyona sokulur, böylece 3 mg KOH/g'dan az bir asit sayısı elde edilir.

20 Aminoetiletanolaminin, 2-etilheksil akrilatın ve formaldehidin bir NH-fonksiyonel oksazolidininin 120 g'ı (0.4 molü) ve 26 g (0.2 mol) dietilaminopropilamin ardından ilave edilir ve grup 80 °C'de reaksiyona sokulur. Grup, 181 kısım metoksiopropanolle, 70 ağırlık %'si kadar bir katı reçine muhteviyatına seyreltilir.

25

Tüm ürünler (A1) ila (A5) için parametreler Tablo 4'de özetlenir.

7.2. Diğer komponentler (AB)'nin: AB1 ila AB10'un hazırlanması

- Komponent (AB1): %65 güce sahip, 308 kısım komponent (A) ve 444 kısım metoksipropanol, serbest radikal polimerizasyon için uygun olan ve bir karıştırıcıyla, geri akış yoğuşturucusuyla, besleme kazanıyla, azot basma ve sıcaklık ölçüm düzeneğiyle teçhiz edilmiş
- 5 olan bir reaksiyon kazanı içerisinde 85 °C'ye ısıtılır. Bir 84 kısım dimetilaminoetil metakrilat, 159 kısım 2-hidroksietil metakrilat, 306 kısım n-butil metakrilat, 106 kısım metil metakrilat, 145 kısım 2-etilheksil akrilat, 24 kısım azobisizobutironitril ve 2 kısım tersiyer-dodesilmerkaptan karışımı ardından homojen bir şekilde 4 saat
- 10 boyunca ilave edilir. Sıcaklık sonra 90 °C'ye yükseltilir ve bu değerde 2 saat tutulur. 10 kısım azobisizobutironitril daha ilave edildikten sonra, grup 90 °C'de 3 saat daha tutulur, böylece en az %99.5 kadar bir polimerizasyon derecesi elde edilir.
- 15 Diğer komponentler (AB2 ila AB10) Tablo 5'de gösterilen proporsiyonlara göre aynı şekilde hazırlanır. Tüm ürünler için parametreler ayrıca Tablo 5'de de özetlenir.

Tablo 5'deki kısaltmaların açıklanması:

20

DAMA	dimetilaminoetil metakrilat
BAMA	N-tersiyer-butilaminoetil metakrilat
HEMA	2-hidroksietil metakrilat
HEA	2-hidroksietil akrilat
25 HBA	4-hidroksietil akrilat
TGMA	tripropilen glikol metakrilat
MMA	metil metakrilat
BMA	n-butil metakrilat

	BA	n-butil akrilat
	EHA	2-etilheksil akrilat
	SMA	stearil metakrilat
	ST	stiren
5	DDM	tersiyer-dodesilmerkaptö (regülatör)
	AIBN	azobisizobutironitril (starter)

Tablo 3: İlave komponentler (A)'nın hazırlanması

Komponent	A1	A2	A3	A4
<u>Aşama 1</u>				
(MP içerisinde %80 güce sahip) V1 çözeltisi	652	652	325	-
(MP içerisinde %80 güce sahip) V2 çözeltisi	-	-	-	489
Epoksi reçinesi EEW 190	570	722	380	570
2-etilheksilamin	77	122	65	-
Stearilamin	-	-	-	202
Metoksipropanol (MP)	162	455	237	193
<u>Aşama 2</u>				
(MP içerisinde %75 güce sahip) epoksi reçinesi EEW 475	1330	1837	1647	1330
Metoksipropanol	-	268	223	-
(MP içerisinde %80	-	952	536	-

güce sahip) V3 çözültisi				
Monoetanolamin	-	-	68	-
Dietanolamin	189	-	-	189
<u>Aşama 3</u>				
N,N- dietilaminopropilamin	78	143	78	78
Metoksipropanol	-	61	33	-
<u>Aşama 4</u>				
Epoksi reçine EEW 200	-	-	132	-
Metoksipropanol	-	-	57	-

Tablo 4: Komponentler (A1) ila (A5) için parametreler

Komponent	A1	A2	A3	A4	A5
Katı reçine muhteviyatı (ağırlık %'si)	65	65	70	65	70
Amin sayısı (mg KOH/g katı reçine)	124	125	112	107	92
Hidroksil sayısı (mg KOH/g katı reçine)	257	214	220	228	77

Etilheksil radikallerinin ağırlık %'si	11.0	18.6	14.5	-	10.8
Stearil radikallerinin ağırlık %'si	-	-	-	18.5	-

Tablo 5: Komponentler (AB)'nin diğer hazırlanmaları için tarifler

	AB1	AB2	AB3	AB4	AB5	AB6	AB7	AB8	AB9	AB10
(A1) (%65)	308	77	-	-	-	-	154	-	-	-
(A2) (%65)	-	-	154	462	-	-	-	-	-	-
(A3) (%70)	-	-	-	-	143	214	-	-	-	-
(A4) (%65)	-	-	-	-	-	-	-	154	77	-
(A5) (%70)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	214
Metoksiopropanol	444	-	501	280	515	-	503	501	532	491
Butoksietanol	-	530	-	-	-	489	-	-	-	-
DAMA	84	-	80	112	67	107	73	-	115	98
BAMA	-	180	-	-	-	-	-	140	-	-
HEMA	159	250	-	-	200	235	-	-	240	205
HEA	-	-	-	168	-	-	228	-	-	-
HBA	-	-	154	-	-	-	-	205	-	-
TGMA	-	-	-	-	70	-	-	-	-	-
MMA	106	-	300	130	248	-	249	-	260	180
BMA	306	280	-	160	100	263	250	295	-	200
BA	-	-	100	-	-	-	-	-	230	-
EHA	145	200	266	130	215	185	100	-	-	167
SMA	-	-	-	-	-	-	-	180	105	-
ST	-	40	-	-	-	60	-	80	-	-

DDM	2	3	2	-	2	3	-	2	3	2
AIBN	24	32	28	35	34	27	34	30	35	28
Parametreler										
Amin sayısı (mg KOH/g)	55	60	41	77	35	55	38	53	46	49
Hidroksil sayısı (mg KOH/g)	119	120	81	145	113	134	136	103	115	100
Katı reçine muhteiyatı (%)	65	65	65	70	65	65	65	65	65	65
Akrilat kısmı içerisinde 2- etilheksil radikalleri muhteiyatı (ağırlık %'si)	11.1	12.9	18.2	11.4	14.7	13.4	6.1	-	-	10.3
Akrilat kısmı içerisinde stearil radikalleri muhteiyatı (ağırlık %'si)	-	-	-	-	-	-	-	13.5	7.9	-

Bu komponentler AB1 ila AB10'un kombinasyonu, burada yukarıda tarif edildiği gibi etilenik açıdan doymamış bileşikler (b) ile kombine edildiğinde, benzeri sonuçlar temin eder.

## **TARİFNAME İÇERİSİNDE ATIF YAPILAN REFERANSLAR**

Başvuru sahibi tarafından atıf yapılan referanslara ilişkin bu liste, yalnızca okuyucunun yardımı içindir ve Avrupa Patent Belgesinin bir kısmını oluşturmaz. Her ne kadar referansların derlenmesine büyük önem verilmiş olsa da, hatalar veya eksiklikler engellenememektedir ve EPO bu bağlamda hiçbir sorumluluk kabul etmemektedir.

### **Tarifname içerisinde atıfta bulunulan patent dökümanları:**

- US 4294741 A [0009]
- US 4742097 A [0009]
- US 4335028 A [0009]
- WO 9314443 A [0009]
- US 5595859 A [0009]
- US 6232364 B [0009] [0030]
- US 4992516 A [0040]
- US 6232364 B1 [0110] [0119]

10

15

20