(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 915852 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 915852

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C09D 5/46
C09D131/02
C09D127/12
C09D133/16

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **12.12.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **12.12.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **16.06.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

15.12.1990 DE 4040127

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Hoechst Aktiengesellschaft,** 65926 Frankfurt am Main, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Schlipf, Michael,** BRD, SAKSA, (DE)
2 • **Merten, Gerhard,** BRD, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Fluoripitoinen jauhelakka
Fluorhaltigt pulverlack

Fluoripitoinen jauhelakka

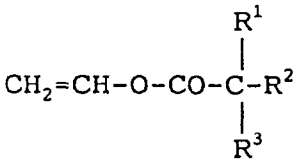
Keksintö koskee fluoripitoista jauhelakkaa.

Fluoripitoiset lakkajärjestelmät, jotka koostuvat sopivista ristiliittyvistä kopolymeereistä ja tavallisista kylmä- tai lämpökovettuvista verkkouttajista, ja antavat orgaanisesta liuotinfaasista hyvin kestäviä korroosiota ja säätä kestäviä pinnoitteita, tunnetaan erilaisina variantteina, erityisesti käytettyjen fluoripitoisten kopolymeerien puolesta. Ympäristön ja ilmakehän suojelusta johtuen paljon liuottimia sisältäviä lakkajärjestelmiä pyritään nykyisin kuitenkin käyttämään vain siellä, missä se on auttamattoman välttämätöntä. Tämän vuoksi onkin yritetty saada aikaan puhtaasti vesipohjaisia tai vesipohjaisia/orgaanisia lakkajärjestelmiä. Tälle on kuitenkin olemassa ahtaat rajat, koska vain pieni osa lakkajärjestelmiä varten käytettävissä olevista fluoripitoisista kopolymeereistä soveltuu vesipohjaisiin lakkajärjestelmiin. Haitallisia ominaisuuksia ovat myös kohonnut energiankulutus ja huomattavasti pidentynyt kuivaamisaika, viimeksi mainittu johtuen erityisesti lisääntyneestä kuivaamisajanjakson aikaisesta likaantumisvaarasta. Tämän vuoksi tehtävänä oli näiden haittojen välttäminen.

Tämän tehtävän ratkaisemiseksi tämä keksintö antaa käyttöön fluoripitoisen jauhelakan, joka sisältää

a) 40 - 80 paino-% ristiliittyvää, fluoripitoista kopolymeeriä, joka on koostuu

α) 10 - 60 mol-% kopolymerisoiduista vinyyliesteriyksiköistä, joilla on yleinen kaava



jossa R^1, R^2 ja R^3 alkyyliryhmiä ja jolloin koko asyyliryhmässä on 9 C-atomia ja koostuu isomeereistä, joissa on

2 kvaternääristä C-atomia, ja joihin on sekoitettu 0 - 80 mol-% isomeerejä, joissa on kvaternäärinen C-atomi yhdessä vähintään yhden tertiäärisen C-atomin kanssa asyyliryhmässä,

ß) 20 - 50 mol-% kopolymerisoiduista, OH-ryhmiä sisältävien vinyylimonomeerien yksiköistä, samoin kuin

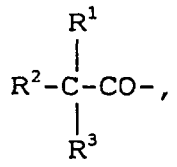
τ) kopolymerisoiduista fluoriolefiinien yksiköistä, joilla yksiköillä on yleinen kaava

$$CF_2=CFX$$

jossa X = F, perfluorialkyyliryhmä, jossa on 1 - 8 C-atomia, tai Cl, ja määrässä, että komponenttien α) + ß) + τ) summa on 100 mol-%, kuitenkin siinä suhteessa, että tätä fluoriolefiinia on läsnä kopolymeerissä vähintään 10 mol-%, ja

b) 20 - 60 paino-% jauhelakkaformulaatioihin sopivaa verkkouttajaa.

Keksinnön mukaisesti käytetyn kopolymeerin a) sisältämä komponentin α) vinyyliesterissä on asyyliryhmä, jolla on yleinen kaava



jossa on yhteensä 9 C-atomia ja erityisenä tuntomerkkinä vielä 1 kvaternäärinen C-atomi yllä olevan kaavan CO-ryhmään α-asemassa olevan kvaternäärisen C-atomin ohella. Nämä 2 kvaternääristä C-atomia sisältävää isomeeriä voivat tällöin olla sinänsä yksinään - erityisesti seoksena - tai sisältää 0 - 80 mol-% sellaisia isomeerejä, joissa on CO-ryhmään nähden α-asemaan järjestetyn kvaternäärisen C-atomin ohella myös vähintään 1 tertiäärinen C-atomi.

Tämän vinyyliesterin asyyliryhmä on edullisesti isomeeriseos, joka 2 kvaternääristä C-atomia sisältävien isomeerien ohella sisältää vielä 0,5 - 80 mol-% isomeerejä, joissa on samassa molekyylissä 1 kvaternäärinen ja

2 tertiääristä C-atomia, tai 0,5 - 20 mol-% isomeerejä, joissa on samassa molekyylissä 1 kvaternäärinen ja 1 tertiäärinen C-atomi. Voi myös olla kaikkia 3 mainittua lajia, jolloin osuudet on valittu niin, että ne rajoittuvat 100 %:iin. Tällaiset voimakkaasti haaroittuneet vinyyliesterit vastustavat saippuoitumista käytännöllisesti katsoen täydellisesti.

Nämä näiden asyyliryhmien perustana olevat suuressa määrin haaroittuneet karboksyylihapot voidaan saada dimerisoimalla isobuteenia ja näiden dimeerien seuraavalla Koch'in synteesillä hiilimonoksidin ja veden kanssa. Vastaavat vinyyliesterit ovat saatavissa transvinyloimalla vinyyliasetaatilla. Mutta ne voidaan saada myös Reppe-synteesillä karboksyylihappojen reaktiolla asetyleenin kanssa.

Sopivien, OH-ryhmiä sisältävien vinyylimonomeerien kopolymeerin komponenttia ß) varten on toimitettava lakkajärjestelmässä ristiliittämiseen vaadittavat OH-ryhmät. Nämä monomeerit voivat sisältää OH-ryhmiä jo sinällään, tai OH-ryhmät voidaan muodostaa jo valmiiseen kopolymeraattiin funktionaalisista ryhmistä, jotka ovat saatavilla hydrolyysiin tai alkoholyysiin OH-ryhmiksi. Tällaisten monomeerien ensimmäinen laji ovat edullisesti hydroksialkyylivinyylieetterit, joissa on C1-6-hydroksialkyyliryhmä. Tällaiset kopolymeerit tunnetaan US-patenttijulkaisusta 4 859 755. Tällaistn monomeerien toinen laji ovat edullisesti lyhytketjuisten karboksyylihappojen vinyylieesterit, joilla on kaava

$$CH_2=CH-O-CO-R^4,$$

jossa R^4 on metyyli-, etyyli- tai propyyliryhmä, jotka vinyyliryhmät ovat saippuoitavissa, erityisesti karboksyylihappojen. Näitä ovat ennen kaikkea vinyylipropionaatti ja erityisesti vinyyliasetaatti.

Keksinnön mukaisen kopolymeerin komponentti τ) on fluoriolefiini, jolla on yleinen kaava

CF_2=CFX

jossa X = F, perfluorialkyyliryhmä, jossa on 1 - 8 C-atomia, tai Cl, siis esimerkiksi perfluoributeeni-1, perfluoriokteeni-1, perfluorihekseeni-1 ja perfluori-isobuteeni, samoin kuin edullisesti hseksafluoripropeeni, klooritrifluorieteeni ja erityisesti tetrafluorieteeni (TFE), joita on läsnä edellä mainittuina osuuksina, mutta joiden osuus ei saa olla alle 10 mol-%, edullisesti 20 mol-%.

Keksinnön mukaisesti käytettävien kopolymeerien valmistus tapahtuu siten, että komponentin α) vinyylieste-ri, joka on haaroittunut, komponentin ß) OH-ryhmiä sisältävä vinyylimonomeeri ja komponentin τ) fluoriolefiini alistettiin kopolymerisoinnille.

Mikäli näin saatu kopolymeeri sisältää edellä mainittua lyhytketjuisen karboksyylihapon vinyyliesteriä, se alistetaan seuraavaksi jälkikäsittelylle tämän vinyylies-terin yksiköiden saippuointia varten, jolloin käsite "saippuointi" käsittää tässä esterilohkaisun hydrolyysillä ja/tai alkoholyysillä. Tätä varten jauhemainen kopolymeeri voidaan ensin liuottaa C_{1-4}-alkanoliin ja saostaa sitten vedellä. Saippuonti voidaan aikaansaada myös vesipohjaisilla alkaleilla tai kvaternäärisillä ammoniumhydroksideilla.

Liuoksessa olevien kopolymeerien jatkokäsittelemiseksi käytetään tarkoituksenmukaisesti menetelmää, jossa

a) liuottimen pääosa poistetaan ensin tislaamalla normaalipaineessa,

b) sitten jäännemonomeerit poistetaan tyhjötislauksella suuren viskositeetin omaavan kopolymeerin pakkosyötöllä,

c) tämä suuriviskositeettinen kopolymeeri liuotetaan seokseen, jossa on C_{1-4}-alkanolia ja liuotinta, jolloin tämän seoksen on myös voitava liuottaa saippuoidun tuotteen homogeenisesti, ja

d) saippuointi suoritetaan lisäämällä alkalista ainetta, mahdollisesti liuotinaine erotetaan c):stä tislaamalla, ja jäljelle jäävä suuriviskositeettinen kopolymeeri liuotetaan lakkaliuottimeen, ja

e) muodostunut kopolymeeriliuos alistetaan suodatukselle, ja seuraavaksi liuotin poistetaan täydellisesti.

Mainitulla menetelmällä on mahdollista muuttaa mainitun vinyyliesterin yksiköt osuudessa 50 - 100 %, edullisesti 50 - 80 %, OH-ryhmiksi ja saada jauhamisen jälkeen hienojakoista kopolymeeriä.

Jauhelakan valmistamiseksi OH-ryhmiä sisältävä jauhemainen kopolymeeri sekoitetaan muiden komponenttien kanssa ja muutetaan jauhelakaksi suulakepuristuksella, esimurskauksella, hienoksi jauhamisella ja seuraavalla seulonnalla erottaen rakeet, jotka ovat kooltaan >125 µm.

Komponenttina b) keksinnön mukainen jauhelakka sisältää verkkouttajaa samoin kuin mahdollisesti lisäksi pigmenttejä, täyteaineita ja muita lisäaineita, kuten esimerkiksi UV-absorbtioainetta tai juoksutusainetta. Keksinnön mukaisessa jauhelakassa on komponentin b) verkkouttajaa 20 - 60, edullisesti 25 - 50 paino-%, kun taas fluoripitoista kopolymeeriä a) on 40 - 80, edullisesti 50 - 75 paino-%.

Verkkouttajaksi (kovettimeksi) soveltuvat edullisesti suojatut alifaattiset ja aromaattiset polyisosyanaatit, joska muodostuvat lisäämällä sopivaa suojaryhmää, kuten esimerkiksi kaprolaktaami- tai fenoliryhmää, tai dimeroimalla renkaan sulkeutuessa. Näitä ovat esimerkiksi suojatut polyisosyanaatit, joita yhtiö Hoechst AG kauppaa nimellä Additol^{R} XL 428, XL 432, XL 465, VXL 9935 tai VXL 9946. Näissä yhdisteissä ristiliittymiseen vaadittavat funktionaaliset ryhmät on suojattu lämpöreversiibelisti esimerkiksi ϵ-kaprolaktaamilla, joka lohkeaa kovetusolosuhteissa, minkä johdosta ristiliittyminen voi tapahtua

uretaaniryhmien muodostumisella fluoripitoisen kopolymeerin OH-funktionaalisten ryhmien kanssa.

Sopivana suojausmuunnelmana on mahdollinen myös uretdionirakenteiden muodostuminen 2 isosyanaattiryhmän dimeroitumisella. Tässä tapauksessa saadaan lohkeamistuotteetonta verkkouttajaa, jollaista esimerkiksi yhtiö Hüls AG markkinoi nimellä IPDI^{R} BF 1540.

Edelleen fluoripitoisiin kopolymeereihin perustuvien jauhelakkojen kovettimeksi sopivat polyfunktionaaliset karboksyylihappoanhydridit, jollaisia esimerkiksi yhtiö Hoechst AG myy nimellä Beckopox^{R}-erikoiskovetin EH 694.

Jauhelakkojen formulointiin voidaan edelleen käyttää kaikkia jauhelakkateollisuudessa kaupaksi käyviä pigmenttejä ja jatkoaineita, erityisesti titaanidioksidia, rautaoksidia, mutta myös kadmiumsulfidia, sinkkisulfidia, lyijyvalkoa, kalsiumkarbonaattia, bariumsulfaattia, ftalosyaniiniväriaineita, bentonia ja liitua. Edullisesti käytetään titaanidioksidia.

Sitä paitsi voidaan lisätä myös sellaisia lakkareseptеissä tavallisia lisäaineita, kuten esimerkiksi juoksutusaine, kaasunpoistoaine, kostutusaine, UV-absorbtioaine, tai apuainetta kiillon ja tarttumiusen parantamiseksi.

Yksittäiset komponentit esisekoitetaan jauhemaisessa tilassa ja sulatetaan kuumennetussa suulakepuristimessa suulakepuristettavan materiaalin lämpötilassa 90 - 110 °C ja homogenisoidaan tällöin. Suulakepuristetusta materiaalista oleva nauha esimurskataan jäähdytyksen jälkeen ja alistetaan seuraavaksi hienojakoiseksi jauhamiselle.

Näin formuloidulla fluoripitoisella jauhelakalla on seulontamenetelmän mukaan hiukkaskoko 10 - 125 µm, edullisesti 10 - 70 µm. Edullisesti hienojakoiseksi jauhaminen säädetään niin, että ≥ 50 paino-%:lla jauhelakasta on hiukkaskoko alueella 10 - 32 µm.

Mainittuja verkkouttajia lisäämällä formuloidut jauhelakat antavat tulokseksi päällysteitä, joita voidaan

levittää mitä erilaisimmille alustoille ja kovettaa korkeammissa lämpötiloissa. Alustoja tähän ovat erityuisesti metallit, kutehn esimerkiksi rauta, teräs, alumiini, kupari, bronssi ja messinki, mutta myös muut metallipinnoitteiset pinnat, kuten lasi, keramiikka ja betoni.

Levittäminen tapahtuu koronamenetelmällä. Tällöin jauhelakka johdetaan maalauspistoolissa varatun koron ohi ja varataan tällöin.

Mutta on olemassa myös päällysteitä, jotka voidaan valmistaa hankaussähkö- tai elektrokineettisellä menetelmällä. Tällöin käytetään hankaussähköperiaatetta. Tällöin jauhelakka sisältää suihkutuslaiteessa elektrostaattisen varauksen, joka on hankauspartnerin, tavallisesti esimerkiksi polytetrafluorieteeniletkun tai -suihkuputken varaukselle vastakkainen. Myös molempien menetelmien yhdistelmä on mahdollinen.

Alusta voidaan kuumentaa ennen päällystysvaihetta lämpötiloihin 120 - 250 °C, jolloin kerros voidaan kerros tällöin kovettuu levitettäessä. Jos päällystys kuitenkin levitetään kylmälle alustalle, niin vaaditaan jälkeenpäin tapahtuvaa kuumennusta mainitulla alueella olevaan lämpötilaan.

Keksinnön mukaiseen jauhelakkaan perustuvat päällysteet ovat erinomaisia erityisesti erittäin hyvästä säänkestosta johtuen. Johtuen suuremmasta antiadhesiivisuudesta verrattuna jauhelakkapäällysteisiin, jotka on valmistettu ilman keksinnön mukaista fluoripitoista kopolymeeriä, näillä päällystejärjestelmillä on vähäisempi likaantumiskäyttäytyminen.

Parantuneeseen säänkestoon liittyy parantunut kiillon säilyminen niin, että kohteilla, jotka ovat sään armoilla ja jotka on päällystetty keksinnön mukaisella jauhelakalla, on vielä vuosien kuluttua alkuperäinen ulkonäkö.

Edut, joita jauhelakoilla ylipäänsä on liuotinpitoisiin lakkoihin verrattuna - tällöin on erityisesti mainittava liuotinpäästöjen välttämisestä johtuva lisääntynyt ympäristöystävällisyys - pätevät myös päällysteisiin, jotka on valmistettu keksinnön mukaisten, fluoripolymeeriin perustuvien jauhelakkapäällystysjärjestelmien pohjalta.

Keksintöä selvitetään seuraavilla esimerkeillä:

Esimerkki 1

(Suojatun polyisosyanaatin käyttö kovettimena)

- kopolymeeriä, jossa on 37 mol-% kopolymeroituja TFE-yksiköitä, 31 mol-% kopolymeroituja yksiköitä voimakkasti haaroittuneen karboksyylihapon vinyyliesteristä, jossa karboksyylihapossa on asyyliryhmässä 9 C-atomia (jolloin asyyliryhmässä on isomeerien seosta, joka sisältää 28 mol-% C-ketjuja, joissa on 2 kvaternääristä C-atomia; 68 mol-% C-ketjuja, joissa on 1 kvaternäärinen ja 2 tertiääristä C-atomia; 4 mol-% C-ketjuja, joissa on 1 kvaternäärinen ja 1 tertiäärinen C-atomi) ja 32 mol-% kopolymeroituja vinyyliasetaattiyksiköitä;

OH-luku saippuoimalla 115	574 g
- suojattu polyisosyanaatti (IPDI^R BF 1540)	248 g
- juoksutusaine (Additol^R XL 496)	30 g
- bentsoiini	5 g
- TiO_2 (Kronos^R 2160)	300 g

Jauhelakan levittäminen tapahtuu koronamenetelmällä jännitteellä 60 kV. Alusta on rautapeltiä, jonka vahvuus on 0,8 mm.

Jauhelakkaa kovetetaan 20 min ajan 200 °C:ssa. Kovetetun lakan kerrospaksuus on 55 µm.

Päällyste alistetaan pikasäänkestotestille (QUV) seuraavalla rasitussyklillä:

UV-säteilytys 60 °C:ssa: 8 tuntia

kasteluvaihe 40 °C:ssa: 4 tuntia

Päällysteen kiillon muutosta testin aikana tarkkaillaan mittaamalla heijastuneen valon intensiteetin

%-osuus laskettuna 100 %:sta säteilytettyä valonintensiteettiä pinnan peiliheijastuman alaisena (60 °C) (DIN-normi 67 530). Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 1.

Taulukko 1

aika (h)	kiiltomittaus peiliheijastuksella 60 °C:ssa (%)
0	74
500	74
1000	73
1500	73
2000	71
2500	69
3000	69

Esimerkki 2

(Polyanhydridin käyttö kovettimena)

- esimerkin 1 kopolymeeri 440 g
- polyanhydridi (Beckopox^{R}-erikoiskovetin EH 694) 180 g
- juoksutusaine (Additol^{R} XL 496) 30 g
- bentsoiini 5 g
- TiO_2 (Kronos^{R} 2160) 345 g

Jauhelakka levitetään esimerkissä 1 kuvatulla tavalla ja kovetetaan 20 min ajan 180 °C:ssa. Kerrospaksuus 55 µm. Päällystys alistetaan esimerkissä 1 kuvatulla tavalla pikasäänkestotestille. Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 2.

Taulukko 2

aika (h)	kiiltomittaus peiliheijastuksella 60 °C:ssa (%)
0	76
500	75
1000	75
1500	73
2000	71
2500	70

Esimerkit 3 ja 4

(Suojatun alifaattisen polyisosyanaatin käyttö kovettimena)

	Esimerkki 3	Esimerkki 4
- esimerkin 1 kopolymeeri	365 g	335 g
- suojattu alifaattinen polyisosyanaatti (Additol^R XL 432)	330 g	330 g
- bentsoiini	5 g	5 g
- juoksutusaine (Additol^R XL 496)	-	30 g
- TiO2 (Kronos^R 2160)	300 g	300 g

Jauhelakkoja kovetetaan 10 min 200 °C:ssa. Kovetetun lakan kerrospaksuus on molemmissa esimerkeissä 55 µm. Lakkaformulaatiot ja päällystykset alistettiin jauhelakoille tavallisille testeille. Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 3.

Taulukko 3

Testi		Esimerkki 3	Esimerkki 4
geeliytymisaika 180 °C		305 s	315 s
kiiltomittaus peiliheijastuksella (60 °C) DIN 67 530:n mukaan		79 %	75 %
juoksevuus *)		1	2
kraatereita *)		0	0
Erichsen-syventymä DIN 53 156		9,3 mm	10,0 mm
Hilaleikkaus *) DIN 53 151		1	1
iskukoe ASTM D 2794	etupuoli	60 ip	120 ip
	takapuoli	12 ip	80 ip
butyyliasetaattitesti *)3 min		2	3
ksyleenitesti *) 30 min		2	2

*) testaus visuaalisesti, arviointi DIN 53 230:n mukaan; 0 = erittäin hyvä; - 5 = erittäin huono

Liuotinkestävyyden testaaminen:

Butyyliasetaattitesti, ksyleenitesti:

Vanutuppo kostutetaan kulloisellakin liuottimella, ja painetaan testattavalle päällysteelle lasirenkaalla, jonka halkaisija on 15 - 20 mm ja korkeus 1,5 - 2,0 cm. Mainitun vaikutusajan jälkeen vanutuppo poistetaan, ja liuottimen vaikutus testataan visuaalisesti. Muistiinpanojen suorittaminen tapahtuu DIN 53 230:n mukaan.

Esimerkit 5 ja 6

(Suojatun lohkeamistuotteettoman polyisosyanaatin käyttö kovettimena)

	Esimerkki 5	Esimerkki 6
esimerkin 1 kopolymeeri	442 g	365 g
suojattu polyisosyanaatti (IPDI^R BF 1540)	356 g	253 g
UV-stabilointiaine (Tinuvin^R 292)	10 g	-
UV-absorbtioaine (Tinuvin^R 1130)	10 g	-
bentsoiini	5 g	5 g
TiO_2 (Kronos^R 2160)	-	300 g

Jauhelakkoja kovetetaan 20 min ajan 190 °C:ssa. Kovetetun lakan kerrospaksuus on 60 µm esimerkissä 5 ja 55 µm esimerkissä 6. Lakkaformulaatiot ja päällystykset alistetaan yllä mainituille testeille. Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 4.

Taulukko 4

Testi	Esimerkki 5	Esimerkki 6
geeliytymisaika 180 °C	100 s	140 s
kiiltomittaus peili-heijastuksella (60 °C) DIN 67 530:n mukaan	98 %	84 %
juoksevuus *)	2	3
kraatereita *)	0	0
Erichsen-syventymä DIN 53 156	8,5 mm	6,5 mm
Hilaleikkaus *) DIN 53 151	3	2
iskukoe etupuoli ASTM D 2794 takapuoli	24 ip 4 ip	20 ip 4 ip
butyyliasetaattitesti *)3 min	0	0
ksyleenitesti *) 30 min	0	0

*) testaus visuaalisesti, arviointi DIN 53 230:n mukaan

0 = erittäin hyvä

-

5 = erittäin huono

Esimerkki 7

(Fluorittoman jauhelakan vertailuesimerkki)

- hydroksifunktionaalinen polyesterihartsi (Alftalat^{R} AN 739) 470 g
- suojattu alifaattinen polyisosyanaatti (Additol^{R} XL 432) 195 g
- juoksutusaine (Additol^{R} XL 496) 30 g
- bentsoiini 5 g
- TiO_2 (Kronos^{R} 2160) 300 g

Jauhelakka levitetään esimerkissä 1 kuvatulla tavalla ja kovetetaan 20 min ajan 200 °C:ssa. Kerrospaksuus on 50 µm. Lakkaformulaatio ja päällystys alistetaan jauhelakalle tavallisille testeille. Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 5.

Taulukko 5

Testi	Tulos
geeliytymisaika 180 °C	450 s
kiiltomittaus peili-heijastuksella (60 °C) DIN 67 530:n mukaan	94 %
juoksevuus *)	2
kraatereita *)	0
Erichsen-syventymä DIN 53 156	11,2 mm
Hilaleikkaus *) DIN 53 151	0
iskukoe etupuoli ASTM D 2794 takapuoli	40 ip 20 ip
butyyliasetaattitesti *)3 min	4
ksyleenitesti *) 30 min	5

*) testaus visuaalisesti, arviointi DIN 53 230:n mukaan

0 = erittäin hyvä

-

5 = erittäin huono

Jauhelakkapäällystys alistetaan pikasäänkestotestille (QUV) kuten esimerkissä 1, kuitenkin seuraavalla rasitussyklillä:

UV-säteilytys 70 °C:ssa: 8 tuntia

kasteluvaihe 50 °C:ssa: 4 tuntia

Tulokset esitetään yhteenvetona taulukossa 6.

Taulukko 6

aika (h)	kiiltomittaus peili-heijastuksella 60 °C:ssa (%)
0	92
100	92
200	92
300	81
400	40
500	26
600	20

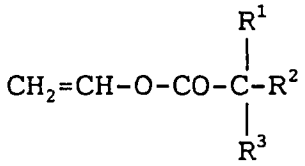
14

Patenttivaatimukset:

1. Fluoripitoinen jauhelakka, t u n n e t t u siitä, että se sisältää

a) 40 - 80 paino-% ristiliittyvää, fluoripitoista kopolymeeriä, joka on koostuu

α) 10 - 60 mol-% kopolymerisoiduista vinyylieste-riyksiköistä, joilla on yleinen kaava



jossa R^1, R^2 ja R^3 alkyyliryhmiä ja jolloin koko asyyliryhmässä on 9 C-atomia ja koostuu isomeereistä, joissa on 2 kvaternääristä C-atomia, ja joihin on sekoitettu 0 - 80 mol-% isomeerejä, joissa on kvaternäärinen C-atomi yhdessä vähintään yhden tertiäärisen C-atomin kanssa asyyliryhmässä,

ß) 20 - 50 mol-% kopolymerisoiduista, OH-ryhmiä sisältävien vinyylimonomeerien yksiköistä, samoin kuin

τ) kopolymerisoiduista fluoriolefiinien yksiköistä, joilla yksiköillä on yleinen kaava

$$CF_2=CFX$$

jossa X = F, perfluorialkyyliryhmä, jossa on 1 - 8 C-atomia, tai Cl, ja määrässä, että komponenttien α) + ß) + τ) summa on 100 mol-%, kuitenkin siinä suhteessa, että tätä fluoriolefiinia on läsnä kopolymeerissä vähintään 10 mol-%, ja

b) 20 - 60 paino-% jauhelakkaformulaatioihin sopivaa verkkouttajaa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen fluoripitoinen jauhelakka, t u n n e t t u siitä, että se koostuu 50 - 75 paino-%:sta komponentin a) ristiliittyvää, fluoripi-

toista kopolymeeriä ja 25 - 50 paino-%:sta komponentin b) verkkouttajaa.

3. Toisen tai molempien patenttivaatimuksista 1 ja 2 mukainen fluoripitoinen jauhelakka, t u n n e t t u siitä, että fluoripitoisen kopolymeerin komponentti ß) on muodostettu vinyyliesterin kopolymerisoiduista yksiköistä, joilla on yleinen kaava

$$CH_2=CH-O-CO-R^4$$

jossa R^4 on suoraketjuinen C_{1-3}-alkyyliryhmä, ja jolloin 50 - 100 % tämän vinyyliesterin ß) kopolymeroiduista yksiköistä on solvolyysillä saadussa OH-muodossa.

4. Yhden tai usean patenttivaatimuksista 1 - 3 mukainen fluoripitoinen jauhelakka, t u n n e t t u siitä, että komponentin τ) fluoriolefiinin kopolymeroituja yksiköitä on määrä, joka täydentää komponenttien α) + ß) + τ) summan 100 mol-%:iin, kuitenkin siinä suhteessa, että kopolymeerissä on fluoriolefiinia vähintään 20 mol-%.

5. Yhden tai usean patenttivaatimuksista 1 - 4 mukainen fluoripitoinen jauhelakka, t u n n e t t u siitä, että komponentin τ) fluoriolefiini on tetrafluoireteeniä.

6. Yhden tai usean patenttivaatimuksista 1 - 5 mukaisen fluoripitoisen jauhelakan käyttö metallisten tai metallipäällysteisten alustojen päällystämiseen sähköstaattisen jauheenlevitysmenetelmän avulla.

Missing part