

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

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

(10) **FI 922451 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 922451

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C09D167/00
C09D201/08

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 27.05.1992

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 27.05.1992

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 30.11.1992

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

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

29.05.1991 US 706816

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Rohm and Haas Company, Independence Mall West, Philadelphia, Pa. 19105, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Hammerton, David Alan, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 •Kroneberger, Karlheinz, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Berggren Oy Ab, Antinkatu 3 C, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kuumassa kovettuva, jauhemainen päällysteseos

Värmehärdande, pulveraktig belägningskomposition

1

Kertamuovissa kovettava jauhemuovissa pinnoituskoostumus
Kertamuovinen pulveripinnoituskoostumus - En h rdplastisk
pulverbel ggningskomposition

T m  keksint  koskee kertamuovista pulveripinnoituskoostu-
5 musta. Aivan erityisesti t m  keksint  koskee pulveripin-
noituskoostumusta, jolla on parannetut optiset ominaisuu-
det, kuten parannettu kiilto, pienennetty appelsiininkuori-
vaikutelma ja parannettu DOI-arvo (kuvan erotettavuus).

10 Alalla on tunnettua, ett  pulveripinnoituskoostumukset ovat
hy dyllisi  metallialustojen maalaamisessa. T llaiset pin-
noituskoostumukset ovat eritt in toivottavia, koska niiden
k ytt  v hent   ja voi jopa eliminoida nestem isiss  maa-
leissa olevat orgaaniset liuottimet. Kun pulveripinnoitus-
15 koostumuksia kovetetaan kuumentamalla, vain v h n, jos lai-
nkaan haihtuvaa materiaalia vapautuu l hiymp rist  n. T m 
on merkitt v  etu nestem isiin maaleihin n hden, joista
haihtuu orgaanista liuotinta ilmakeh  n, kun maali kovete-
taan kuumentamalla. Alalla on yht  hyvin tunnettua, ett 
20 pulveripinnoituksen kovettumismekanismi on pulveripinnoi-
tuskoostumusten t rke  n k kohta.

Pitk ik isyyden aikaansaamiseksi ulkok yt ss  alan aikai-
semmat pulveripinnoituskoostumukset kokoonpantiin karbok-
25 syylihapporyhm n sis lt v st  polyesteri- tai akryylipoly-
meerista, dikarboksyylihapporyhm n sis lt v st  materiaa-
lista ja beta-hydroksialkyyliamidikovetusaineesta. N iden
pulveripinnoituskoostumusten ja kovetussysteemien sanottiin
olevan stabiileja ja omaavan hyv t fysikaaliset ominaisuu-
30 det.

Alan aikaisemmilla pulveripinnoituskoostumuksilla ja kove-
tussysteemeill  ei ollut kuitenkaan hyvi  optisia ominai-
suuksia. T m n keksinn n tavoitteena on t m n vuoksi voit-
35 taa t m  ongelma samalla, kun s ilytet  n t llaista koos-
tumusten ja systeemien muut toivotut fysikaaliset ominai-
suudet.

- Ratkaisu tähän ongelmaan, jonka tämä keksintö saa aikaan, on kertamuovinen pulverikoostumus (ja siihen liittyvä kove-
tusmekanismi), joka koostuu happoryhmän sisältävästä poly-
5 esteripolymeerista, monokarboksyylihapporyhmän sisältävästä
materiaalista ja erikoiskovetusaineesta, jossa monokarbok-
syylihapporyhmän sisältävää materiaalia on läsnä tietty
määrä.
- 10 Näin ollen tämän keksinnön mukaisesti aikaansaadaan kerta-
muovinen pulveripinnoituskoostumus, joka koostuu karboksyyl-
lihapporyhmän sisältävästä polyesteristä; monokarboksyyl-
happoryhmän sisältävästä materiaalista; ja kovetusaineesta;
jossa kovetusaine on beta-hydroksialkyyliamidikoveetusaine
15 ja/tai epoksifunktionaalinen silloitusaine ja jossa mono-
karboksyylihapporyhmän sisältävää materiaalia on läsnä noin
0,5-15 painoprosentin määrä polyesterin painosta laskettu-
na.
- 20 Tämän keksinnön kovetussysteemi tarjoaa parannetut optiset
ominaisuudet alan aikaisempiin systeemeihin nähden samalla,
kun se säilyttää muut halutut fysikaaliset ominaisuudet.
Samoin tämän keksinnön mukaisella kertamuovisella pulveri-
koostumuksella on parannetut optiset ominaisuudet alan ai-
25 kaisempiin koostumuksiin nähden ilman, että vaikutettaisiin
haitallisesti muihin fysikaalisiin ominaisuuksiin, kuten
taipuisuuteen, pitkäikäisyyteen, liuottimien ja korroosion-
kesto.
- 30 Erityisesti tämän keksinnön pulveripinnoituskoostumuksilla
on parannetut optiset ominaisuudet, kuten kiilto, appel-
siininkuorivaikutelma ja DOI-arvo (kuvan erotettavuus),
samalla kun ne säilyttävät muut fysikaaliset ominaisuudet,
kuten varastostabiilisuuden (ts. ne eivät kokkaroidu läm-
35 mölle altistettaessa), taipuisuuden, kovuuden, liuotinkes-
ton ja korroosionkeston ynnä hyvän sekoituksen muita fysi-
kaalisia ominaisuuksia, kuten kovuuden, iskunkeston ja ke-

miallisen keston ja uudelleenpinnoitettavuuden.

Tämän keksinnön pulveripinnoitteet soveltuvat käytettäväksi yleisissä teollisuuspinnoitteissa, koneisto- ja laitteistopinnoitteissa, erityisesti metallien, kuten tölkkien, koe-
5 jeiden, autonosien jne pinnoitteissa. Lisäksi pulveripinnoituskoostumuksia voidaan käyttää kalvoissa, kuiduissa, maaleissa, selluloosa- ja alkydilakoissa, saumattomissa lattiapinnoitteissa, tiivistys- ja kyllästysaineissa.

Tämän keksinnön mukaisesti aikaansaadaan kertamuovinen pulveripinnoituskoostumus. Tyypillisesti koostumus sisältää karboksyylihapporyhmän sisältävää polyesteriä, jonka Tg on
10 noin 30-85°C ja happoluku on noin 20-80, beta-hydroksialkyyliamidia olevaa kovetusainetta ja monokarboksyylihappoa parannettujen ulkonäkö- ja säänkesto-ominaisuuksien saami-
15 seksi.

Koostumus voi myös sisältää epoksifunktionaalista kovetusainetta, kuten triglysidyyli-isosyanuraattia (TGIC) tai
20 TGIC:n ja hydroksialkyyliamidikovetusaineen seoksia.

Koostumus voi myös sisältää happofunktionaalista akryylipolymeeria, epoksifunktionaalista tai hydroksialkyyliamidikove-
25 tusainetta ja monofunktionaalista karboksyylihappoa parannettujen ulkonäköominaisuuksien saamiseksi.

Tämän keksinnön pulveripinnoituskoostumukset koostuvat useiden materiaalien perusteellisesta seoksesta. Kuitenkin
30 tämän keksinnön pulveripinnoituskoostumuksessa on kolme olennaista aineosaa, nimittäin karboksyylihapporyhmän sisältävää polyesteriä, toista karboksyyli-ryhmää, joka on valittu alifaattisesta tai aromaattisesta monokarboksyyli-
happoryhmästä niiden seokset mukaanluettuna, ja beta-hydroksialkyyliamidia olevaa kovetusainetta. Monokarboksyyli-
35 happoryhmän lisäys parantaa merkittävästi optisia ominaisuuksia, kuten kiiltoa, appelsiininkuorivaikutelmaa ja DOI-

arvoa.

5 Karboksyylihapporyhmän sisältäviä polyestereitä, joita voidaan käyttää, ovat ne, jotka perustuvat alifaattisten polyolien, sykloalifaattiset polyolit mukaanluettuna kondensaatioreaktioon alifaattisten ja/tai aromaattisten polykarboksyylihappojen ja -anhydridien kanssa.

10 Esimerkkejä sopivista alifaattisista polyoleista ovat 1,2-etaanidioli, 1,3-propaanidioli, 1,4-butaanidioli, 1,6-heksaanidioli, neopentyyliglykoli, sykloheksaanidimetanoli, trimetylolipropaani yms. Sopivia polykarboksyylihappoja ja -anhydridejä ovat meripihkahappo, adipiinihappo, atsela-
15 iinihappo, sebaasiinihappo, tereftaalihappo, isoftaalihappo, tetrahydroftaalihappo, heksahydroftaalihappo, trimelliittihappo ja näiden happojen anhydridit.

Polyolin ja hapon tai anhydridin annetaan reagoida yhdessä käyttäen ylimäärin happoa alkoholiin nähden polyesterin
20 muodostamiseksi, jossa on vapaita karboksyyliiryhmiä. Edullisesti karboksyylihapporyhmän sisältävän polyesterin happoluku on noin 20-80 ja edullisemmin noin 20-45 ja se on kiinteä huoneenlämpötilassa. Edullisesti polyesterille on edelleen tunnusomaista Tg-arvo noin 30-85°C ja edullisesti
25 noin 40-75°C.

Polymeerin Tg on sen kovuuden ja sulavirtauksen mitta. Mitä korkeampi Tg-arvo, sitä pienempi on sulavirtaus ja sitä
30 kovempi pinnoite. Tg-arvoa on kuvattu teoksessa Principles of Polymer Chemistry (1953), Cornell University Press. Tg voidaan todella mitata tai se voidaan laskea, kuten Fox on kuvannut julkaisussa Bull. Amer. Physics Soc., 1, 3, sivu
123 (1956). Tässä käytettynä Tg viittaa todella mitattuihin arvoihin. Polymeerin Tg-arvon mittaamiseen voidaan käyttää
35 differentiaalista pyyhkäisykalorimetria (DSC) (lämmitysnopeus 10°C/min, Tg-arvoksi otettu ensimmäinen sisääntaipumispiste).

Jos polyesterin Tg on alle 30°C, polymeeri ja sitä sisältävä pulveripinnoituskoostumus saattavat olla tahmeita ja vaikeita käsitellä. Jos Tg on yli 85°C, polyesterin sulavirtaus on pieni ja pinnoitteella saattaa olla huono ulkonäkö.

Toinen oleellinen aineosa tämän keksinnön pulveripinnoituskoostumuksissa on beta-hydroksialkyyliamidi. Beta-hydroksialkyyliamidi on happofunktionaalisen polyesterin kovetusaine. Beta-hydroksialkyyliamidi voi auttaa aikaansaamaan silloitetun polymeriverkoston, joka on kova, pitkäikäinen, korroosionkestoinen ja liuotinkestoinen. Arvellaan, että beta-hydroksialkyyliamidit kovettavat pinnoitteen esteröintireaktiolla karboksiryhmän sisältävän polyesterin kanssa muodostaen lukuisia esterisidoksia. Beta-hydroksialkyyliamidin hydroksyylifunktionaalisuuden tulisi olla keskimäärin vähintään kaksi, edullisesti yli kaksi ja vielä edullisemmin yli kaksi ja korkeintaan neljä optimi kovetusreaktion aikaansaamiseksi.

Happoryhmän sisältävää akryylipolymeeria valmistettaessa eri monomeerit sekoitetaan yhteen ja niiden annetaan reagoida tavanomaisilla vapaaradikaali-initioiduilla polymerointiprosesseilla. Vapaaradikaali-initiaattoreita, joita voidaan käyttää, ovat bentsoyyliperoksidi, tert.-butyylihydroperoksidi, ditert.-butyyliperoksidi, atsobis(2-metyyllipropionitriili) jne.

Ketjunsiiirtoaineita, kuten merkaptopropionihappoa voidaan myös käyttää. Polymerointi on edullista suorittaa liuoksessa käyttäen liuotinta, johon monomeerit liukenevat, kuten tolueenia tai ksyleeniä.

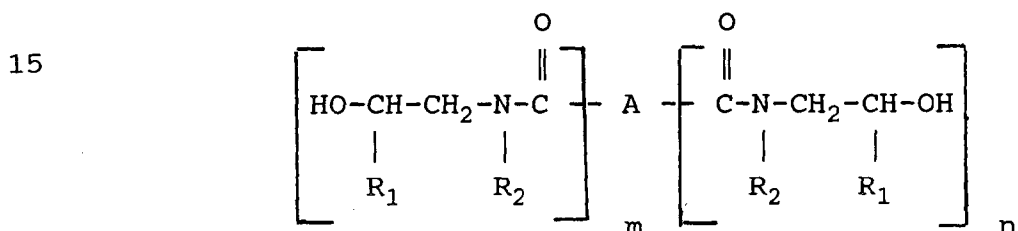
Polymeroinnin päätyttyä reaktioseos haihdutetaan esimerkiksi asettamalla se alipaineeseen orgaanisen liuottimen poistamiseksi ja polymeerin talteenottamiseksi kiinteänä materiaalina.

Vaihtoehtoisesti polymeeri voidaan saostaa ja kuivata sen jälkeen. Tavallisesti haihdutettu polymeeri sisältää alle 1 painoprosentin materiaaleja, jotka haihtuvat pinnoitteiden kovetukseen käytetyissä lämpötiloissa.

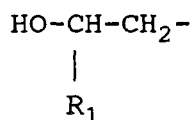
5

Happoryhmän sisältävä polymeeri voi olla myös akryylipolymeeri, joka on valmistettu emulsiopolymeroinnilla, suspensiopolymeroinnilla, möhkälepolymeroinnilla tai niiden sopivilla yhdistelmillä, kuten on hahmoteltu patentissa US-A-
10 4 727 111. Nämä tekniikat ovat alalla hyvin tunnettuja.

Edulliset beta-hydroksialkyyliamidimateriaalit voidaan esittää rakenteellisesti seuraavasti:



20 jossa R_1 on H tai C_1 - C_5 -alkyyliiryhmä; R_2 on H, C_1 - C_5 -alkyyliiryhmä tai ryhmä,



25

jossa R_1 on sama kuin edellä esitettiin; A on sidos, yksiarvoinen tai moniarvoinen orgaaninen radikaali, joka on peräisin tyydytetystä, tyydyttämättömästä tai aromaattisesta hiilivedystä mukaanluettuna substituoidut hiilivetyradikaalit, jotka sisältävät 2-20 hiiliatomia, m on 1-2, n on 0-2 ja $m + n$ on vähintään 2, edullisesti yli 2 ja tavallisesti välillä 2-4.

30

Edullisesti A on alkyleeniradikaali $-(\text{CH}_2)_x-$, jossa x on 2-
35 12, edullisesti 4-10.

Beta-hydroksialkyyliamidi voidaan valmistaa antamalla alemman alkyyliesterin tai karboksyylihappojen estereiden seoksen reagoida beta-hydroksialkyyliamidin kanssa lämpötilassa, joka vaihtelee ympäristön lämpötilasta aina noin 200° -
40

°C:seen riipuen reagenssien valikoimasta ja katalyytin mukanaolosta tai puuttumisesta. Sopivia katalyyttejä ovat emäskatalyytit, kuten natriummetoksidi, kaliummetoksidi, natriumbutoksidi, kaliumbutoksidi, natriumhydroksidi, kaliumhydroksidi yms, joita on läsnä noin 0,1-1 painoprosentin määrät alkyyliesteristä laskettuna.

Pulveripinnoituskoostumuksen tehokkaimman kovettumisen aikaansaamiseksi beta-hydroksialkyylimidin (hydroksiekvivalenttien) ja karboksiryhmän sisältävän polyesterin (karboksyylihappoeqvivalenttien) ekvivalenttisuhte on edullisesti välillä noin 0,6-1,6:1 ja edullisemmin välillä 0,8-1,3:1. Vaihteluvälin 0,6-1,6:1 ulkopuolella olevat suhteet ovat epämieluisia huonon kovettumisen vuoksi.

Pulveripinnoituskoostumus voi sisältää myös monokarboksyylihapporyhmän sisältävää materiaalia, joka on valittu alifaattisista hapoista, kuten steariini-, myristiini-, palmiittiini-, fenoksietikka-, fenoksipropioni-, krotoni-, bentsoo- ja mantelihapoista; aromaattisista hapoista, kuten bentsoe-, tolu- (orto-, meta- ja para-), asetyyli-, salisyyli-, metoksibentsoe-(anisiini-), isopropyylibentsoe- ja kanelihapoista; sykloalifaattisista hapoista, kuten sykloheksaanikarboksyylihaposta, syklopentaanikarboksyylihaposta ja furoiinihaposta; monohappo-oligomeereista, kuten suljetusta alifaattisesta dikarboksyylihaposta (esim. adipiini- tai sebaasiinihapon monometyyliesteri) tai suljetusta happofunktionaalisesta polyesteristä; tai oligomeerisista polyestereistä, kuten poly(kaprolaktonista) tai poly(kaprolaktaamista) yms. Lisäksi voidaan käyttää monofunktionaalista karboksyylihappoa nestemuodossa. Tämä monohappomateriaali parantaa optisia ominaisuuksia, kuten kiiltoa, apelsiininkuorivaikutelmaa ja DOI-arvoa ja se voi antaa myös lisätaipuisuutta ja/tai iskunkestoa saadulle pinnoitteelle.

Edullisesti monokarboksyylihapporyhmän sisältävä materiaali on steariinihappo, bentsoehappo, kanelihappo tai furo-

iinihappo.

Pulveripinnoituskoostumus voi sisältää edelleen polykarboksyylihapporyhmän sisältävää materiaalia, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat alifaattiset C_4 - C_{20} -polykarboksyylihapot, polymeeriset polyanhydrit, alhaisen moolimassan polyesterit, joiden happoekvivalenttipaino on noin 150-600, ja niiden seokset.

Alifaattisiin polykarboksyylihappoihin, joita voidaan käyttää, sisältyvät dikarboksyylihapot, kuten adipiinihappo, korkkihappo, atselaiinihappo, sebasiinihappo ja dodekaanidioiinihappo.

Edullisesti alifaattinen dikarboksyylihappo sisältää parillisen lukumäärän hiiliatomeja.

Pinnoituskoostumus voi sisältää myös tiettyjä muita lisäaineita, joita liitetään tyypillisesti pulveripinnoituskoostumukseen, kuten pigmenttejä, virtauksensäätöaineita, räisymisenestoaineita, pulverin valumislisäaineita ja valostabilisaattoreita.

Sopivan värin antamiseksi pulveripinnoituskoostumuksille pigmenttiä voidaan lisätä pinnoituskoostumukseen tyypillisesti noin 1-50 painoprosentin määrät laskettuna pulveripinnoituskoostumuksen kokonaispainosta. Pigmentit, jotka soveltuvat pulveripinnoituskoostumukseen, voivat olla orgaanisia tai epäorgaanisia ja niitä ovat emäksinen lyijy-
piidioksidikromaatti, titaanidioksidi, ultramariinisininen, ftaalosyaniinisininen, ftaalosyaniinivihreä, nokimusta, musta rautaoksidi, vihreä kromioksidi, ferriittikeltainen ja kvintopunainen.

Sopivia virtauksensäätöaineita ovat akryylipolymeerit ja kopolymeerit, kuten polylauryyliakrylaatti, polubutyryliakrylaatti, poly(2-etyyliheksyyli)akrylaatti, poly(etyyliak-

rylaatti-ko-2-etyyliheksyyliakrylaatti), polylauryylimetakrylaatti, polyisodekyyylimetakrylaatti yms ja fluoratut polymeerit, kuten polyetyleeniglykolin tai polypropyleeniglykolin esterit fluorattujen rasvahappojen kanssa, esim.

5 moolimassaltaan yli noin 2500 olevan polyetyleeniglykolin ja perfluorikapryylihapon esterit. Polymeerisia siloksaaneja, joiden moolimassat ovat yli 1000, kuten esimerkiksi polydimetyylisiloksaania tai poly(metyylifenyyli)siloksaania voidaan myös käyttää virtauksensäätöaineena.

10

Virtauksensäätöaineet voivat auttaa pienentämään pintajännitystä pulverin kuumennuksen aikana ja eliminoimaan kraatterinmuodostusta. Yleensä, kun virtauksen säätöainetta käytetään, sitä on läsnä noin 0,05-5 painoprosentin määrät

15 laskettuna pulveripinnoituskoostumuksen kokonaispainosta.

15

Räiskymisenestoaineita voidaan lisätä koostumukseen, jotta mahdollisesti läsnä olevan haihtuvan materiaalin olisi mahdollista päästä pois kalvosta paiston aikana. Bentsoini on

20 erittäin edullinen kaasunpoistoaine ja kun sitä käytetään, sen läsnäolevat määrät ovat noin 0,5-3 painoprosenttia laskettuna pulveripinnoituskoostumuksen kokonaispainosta.

20

Pulveripinnoituskoostumukset voivat sisältää edullisesti myös UV-säteilyä absorboivia aineita, kuten Tinuvin[®]-valmistetta (jota on kaupallisesti saatavissa ja joka on yhtiön Ciba-Geigy Company rekisteröity tavaramerkki). Kun Tinuvin[®] -valmistetta käytetään, sitä on tyyppillisesti läsnä

25 koostumuksissa n. 0,5-6 painoprosentin määrät laskettuna pulveripinnoituskoostumuksen kokonaispainosta.

25

30

Lisäksi pulveripinnoituskoostumus voi sisältää höyrystettyä piidioksidia tai vastaavaa pulverin juoksevuuslisäaineena pulverin paakkuuntumisen vähentämiseksi varastoinnin aikana. Höyrystettyä piidioksidia myy esimerkiksi Cabot Corporation tavaramerkillä Cab-O-Sil[®]. Kun pulverin juoksevuus-

35 lisäainetta käytetään, sitä on yleensä läsnä noin 0,1-0,5

35

painoprosentin määrät laskettuna pulveripinnoituskoostumuksen kokonaispainosta. Pulverin juoksevuuslisäainetta lisätään yleensä hiukkasmaiseen pulveripinnoituskoostumukseen hiukkasmaisen seoksen valmistuksen jälkeen.

5

Kertamuoviset pulveripinnoituskoostumukset valmistetaan sulasekoittamalla pinnoituskoostumuksen aineosat yhteen. Tämä voidaan toteuttaa sekoittamalla ensin suuren leikkausnopeuden tai suurtehoisessa kuivasekoittimessa, esim. Henschel-sekoittimessa ja sulasekoittamalla seos sitten ekstruuderissa, esimerkiksi Werner-Pfeiderer ZK-30-kaksiruu-
 10 viekstruuderissa noin 80-130 °C:n lämpötilassa. Puriste jäähdytetään sitten ja jauhetaan pulveriksi. Pulveripinnoituskoostumus voidaan levittää suoraan metalli-, kuten te-
 15 räs tai alumiini-, lasi-, muovi- tai kuitulujitteiselle muovialustalle.

Pulverin levitys voi tapahtua sähköstaattisella (koronapurkaus- tai hankaussähkö-)ruiskutuksella tai käyttäen leijukerrosta. Sähköstaattinen ruiskutus on edullinen. Pulveripinnoituskoostumus voidaan levittää yhdellä ruiskutusker-
 20 ralla tai useilla ruiskutuskerroilla kalvon paksuuden saamiseksi välille noin $1,27-12,7 \times 10^{-3}$ cm kovetuksen jälkeen. Edullisesti korkealaatuisen viimeistelyn aikaansaamiseksi
 25 kohtuullisin kustannuksin pulveripinnoitteen paksuus on n. $3,05 - 10,2 \times 10^{-3}$ cm ja edullisesti noin $3,56-7,62 \times 10^{-3}$ cm.

Pinnoitettava alusta voidaan valinnaisesti esikuumentaa
 30 ennen pulverin levittämistä tasaisemmin pulverin kerrostamisen edistämiseksi. Pulverin levityksen jälkeen pulveripinnoitettua alustaa voidaan paistaa tyypillisesti noin 149-204 °C:ssa noin 5-60 minuuttia ja edullisesti noin 20-40 minuuttia.

35

Tätä keksintöä kuvataan nyt ainoastaan esimerkkien vuoksi.

Seuraavat esimerkit sisältävät eri hydroksialkyyliamidikove-
vetusaineiden, karboksyylihappofunktionaalisten polyesteri-
polymeerien, karboksyylihappofunktionaalisten akryylipoly-
meerien valmistuksen, joita on käsitelty monokarboksyyliha-
5 poilla, ja joita käytetään tämän keksinnön kertamuovisten
pulveripinnoituskoostumusten valmistuksessa.

Seuraavissa esimerkeissä suoritettiin seuraavat koemenette-
lyt.

10

(1) Iskulujuus mitattiin Gardner-iskukoelaitteella. Pinnoi-
tetut paneelit saatettiin alttiiksi kasvaville iskumääril-
le, kunnes pinnoitus murtui: paneelia iskettiin pinnoitteen
puolelle, ts. suoralla iskulla ja myös pinnoitteen vastak-
15 kaiselle paneelin puolelle, ts. kääntöpuolen iskulla. Tu-
lokset ilmoitetaan yksiköissä Nm.

20

(2) T-taivutuskokeessa taivutettiin pinnoitettuja paneeleja
(13,81 x 30,48 cm) 180° niin, että pinnoitettu paneeli
taistui itsensä päälle, ja tarkistettiin murtumisirtoaminen
pitkin taivetta.

25

(3) Kynäkovuus määritettiin ottamalla kovuudeltaan kasvavia
lyijykyniä (F - 3 H) ja yrittämällä saada piirtomerkki nä-
kymään pinnoitteessa. Ensimmäisen kynän kovuus, joka jäisi
näkymään pinnoitteeseen, ilmoitetaan kalvon kynäkovuutena.

30

(4) 20°:n ja 60°:n kiilto mitattiin kiiltomittareilla, joi-
den valmistaja on Gardner Instrument Company.

(5) Appelsiininkuori-vaikutelma arvioitiin visuaalisesti
kovetetuista paneeleista ja luokiteltiin esiintyvän pinnan
epätasaisuusasteen mukaan.

35

(6) Kuvan erotettavuus mitattiin käyttäen laitetta, joka
heijastaa vaihtelevan kokoisia puolipyöreitä kuvioita pa-
neelin pintaan. Niiden kuvien koko, jotka ovat selvästi

näkyvissä paneelin pinnassa, määrittellee ilmoitetun DOI-arvon.

Esimerkki 1: Pulveripinnoitteen valmistus (pigmentoitu valkoiseksi)

Pigmentoitu pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää beta-hydroksialkyyliamidisilloitusainetta, karboksyylihappoa sisältävää polyesteriä ja eri määriä monofunktionaalista karboksyylihappoa, valmistetaan seuraavasti. Vertailuna esitetään vastaava systeemi ilman monofunktionaalista karboksyylihappoa. Kaikki arvot ovat prosentteja koko kokoonpanosta.

Aineosa

Näyte

		A	B	C	D	E	F
15	Karboksyylihapporyhmän sisältävä polyesteri ¹⁾	55,81	55,94	54,95	53,48	52,04	49,90
	Hydroksialkyyliamidi	2,94	3,03	3,20	3,42	3,59	3,86
	Modaflow III ²⁾	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
	Steariinihappo	-	0,28	1,10	2,15	3,12	4,99
	Bentsoiini	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
20	Titaanidioksidi	40,00	39,49	39,50	39,50	40,00	40,00

Huomautukset

1) Polyesteri, jonka happoluku on noin 34, saatavana nimellä Grilesta V76-12 yhtiöltä EMS-American Grilon, Inc.

2) Modaflow III on akryylikopolymeeri piidioksiditukiaineella ja sitä on saatavana yhtiöltä Monsanto Company.

Kokoonpanon aineosia esikäsiteltiin Henschel-suurte-hosekoittimessa nopeudella 1800 rpm 1 minuutin ajan, minkä jälkeen seos suulakepuristettiin Werner-Pfleiderer ZSK-30 ekstruuderilla 110 °C:ssa. Puristeet jäähdytettiin, murskattiin, jauhettiin Micropul-vasaramyllyssä, seulottiin 140 meshin seulan läpi ja ruiskutettiin sähköstaattisesti Bonderite 1000-alustoille Volstatic-pistoolilla. Pulveripinnoitteiden kovetusta suoritettiin ilman pakkokiertouunissa 180 °C:ssa 20 minuutin ajan. Näiden pinnoitteiden mekaaniset ja optiset ominaisuudet esitetään seuraavassa taulukossa 1.

Taulukko 1

Näyte	Happo-% ¹⁾	Kiilto 20/60	DOI ²⁾	Appel- siinin- kuori ³⁾	Isku vas- ta/suora	T-taivu- tukset	Kynä- kovuus
A	0	75/90	40	4	>18/>18	T-O	H
B	0,5	80/93	40	4-5	>18/>18	T-O	H
C	2	80/94	45	6	>18/>18	T-O	H
D	4	82/96	60	6	>18/>18	T-O	H
E	6	88/98	65	7	>18/>18	T-O	H
F	10	84/100	70	8-9	>18/>18	T-O	H

Huomautukset:

1) Happo-% on laskettu polyesterihartsista.

2) DOI-asteikko on 0-100; 100 = paras

3) Appelsiininkuori-asteikko on 0-10; 10 = paras

5

Esimerkki 2: Pulveripinnoitteen valmistus (valkoiseksi pigmentoitu)

10 Pigmentoitu pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää tri-
glysidyyli-isosyanuraattisilloitusainetta, karboksyylihappoa sisältävää polyesteriä ja eri määriä monofunktionaalista karboksyylihappoa, valmistetaan seuraavasti. Vertailuna esitetään vastaava systeemi, jossa ei ole monofunktionaalista karboksyylihappoa. Kaikki arvot ovat prosentteja koko kokoonpanosta.

15

Aineosa

Näyte

A

B

C

Karboksyylihapporyhmän
sisältävä polyesteri¹⁾

55,8

53,93

52,61

20

Triglysidyylii-isosyan-
uraatti²⁾

4,20

4,24

4,55

Modaflow III³⁾

0,75

0,75

0,75

Steariinihappo	-	1,08	2,10
Bentsoiini	0,50	0,50	0,50
Titaanidioksidi	40,00	39,50	39,49

5 Huomautukset:

1) Polyesteri, jonka happoluku on noin 34 ja joka on saatavana nimellä Grilesta P7307.3 yhtiöltä EMS-American Grilon, Inc.

10 2) Saatavana yhtiöltä Ciba-Geigy Corp. nimellä Araldite PT-810.

3) Modaflow III on akryylikopolymeeri piidioksiditukiaineella ja sitä on saatavana yhtiöltä Monsanto Company.

15 Kokoonpanon aineosia esisekoitettiin Henschel-suurte-hosekoittimessa nopeudella 1800 rpm 1 minuutin ajan, minkä jälkeen seos suulakepuristettiin Werner-Pfleiderer ZSK-30 ekstruuderilla 110 °C:ssa.

20 Puristeet jäähdytettiin sitten, murskattiin, jauhettiin Micropul-vasaramyllyssä, seulottiin 140 meshin seulan läpi ja ruiskutettiin sähköstaattisesti Bonderite 1000-alustoille Volstatic-pistoolilla.

25 Pulveripinnoitteiden kovetusta suoritettiin ilman pakko-kiertouunissa 180 °C:ssa 20 minuuttia.

Näiden pinnoitteiden mekaaniset ja optiset ominaisuudet esitetään seuraavassa taulukossa 2.

Taulukko 2

Näyte	Happo- % 1)	Kiilto 20/60	DOI 2)	Appel- sii- nin- kuori 3)	Isku vas- ta/- suora	T-tai- vutuk- set	Kynä- kovuus
A	0	75/91	40	4	>18/>- 18	T-O	H
B	2	82/93	60	4-5	>18- />18	T-O	H
C	4	83/97	60-70	7	>18- />18	T-O	H

Huomautukset:

1) Happo-% on laskettu polyesterihartsista.

2) DOI-asteikko on 0-100; 100 = paras.

5 3) Appelsiinikuoriasteikko on 0-10; 10 on paras.

Esimerkki 3: Pulveripinnoitteen (siniseksi pigmentoitu)
valmistus

10 Pigmentoitu pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää beta-
hydroksialkyyliamidisilloitusainetta, karboksyylihappoa
sisältävää polyesteriä ja monofunktionaalista karboksyyli-
happoa, valmistetaan seuraavasti. Vertailuna esitetään vas-
taava systeemi ilman monofunktionaalista karboksyylihappoa.
Kaikki arvot ovat prosentteja koko kokoonpanosta.

Aineosa	Näyte	
	A	B
Karboksyylihapporyhmän sisältävä polyesteri 1)	85,6	82,65
Triglysidyyli-isosyan- uraatti	4,7	5,17
20 Modaflow III 2)	1,0	1,0

Steariinihappo	-	2,48
Bentsoiini	0,7	0,7
Titaanidioksidi	5,69	5,69
BT-417 ³⁾	2,31	2,31

5

Huomautukset:

1) Polyesteri, jonka happoluku on noin 34 ja jota on saatavana nimellä Grilesta V76-12 yhtiöltä EMS-American Grilon, Inc.

10

2) Modaflow III on akryylikopolymeeri piidioksiditukiaineella ja sitä on saatavana yhtiöltä Monsanto Company.

3) BT-417 on ftaalosyaniinia oleva sininen pigmentti, jota oli aikaisemmin saatavana yhtiöltä DuPont.

15

Kokoonpanon aineosia esisekoitettiin Henschel-suurte-hosekoittimessa nopeudella 1800 rpm 1 minuutin ajan, minkä jälkeen seos suulakepuristettiin Werner-Pfleiderer ZSK-30-ekstruuderilla 100 °C:ssa. Puristeet jäähdytettiin sitten, murskattiin, jauhettiin Micropul-vasaramyllyssä, seulottiin 140 meshin seulan läpi ja ruiskutettiin sähköstaattisesti Bonderite 1000-alustoille Volstatic-pistoolilla. Pulveripinnoitteiden kovetusta suoritettiin ilman pakkokierto-uunissa 180 °C:ssa 20 minuuttia. Näiden pinnoitteiden mekaaniset ja optiset ominaisuudet esitetään seuraavassa taulukossa 3.

20

25

Taulukko 3

Näyte	Happo-% ¹⁾	Kiilto 20/60	DOI ²⁾	Appel- siinin- kuori ³⁾	Isku, vas- ta/suo- ra
A	0	91/98	50	7	>18/>18
B	3	98/99	60	7-8	>18/>18

Huomautukset:

1) Happo-% on laskettu polyesterihartsista.

2) DOI-asteikko on 0-100; 100 = paras.

3) Appelsiininkuoriasteikko on 0-10; 10 = paras.

Esimerki 4: Pulveripinnoitteen (valkoiseksi pigmentoitu)
valmistus

Pigmentoitu pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää beta-hydroksialkyuyliamidisilloitusainetta, karboksyylihappoa sisältävää polyesteriä ja bentsoehapon eri määriä monofunktionaalisenä happolisäaineena, valmistetaan seuraavasti.

Vertailuna esitetään vastaava systeemi ilman monofunktionaalista karboksyylihappoa. Kaikki arvot ovat prosentteja koko kokoonpanosta.

15	Aineosa	Näyte			
		A	B	C	D
	Karboksyylihapporyhmän sisältävä polyesteri ¹⁾	56,28	55,84	54,56	52,87
	Hydroksialkyuyliamidi	2,97	3,13	3,60	4,20
20	Modaflow III ²⁾	0,75	0,75	0,75	0,75
	Bentsoehappo	-	0,28	1,09	2,18
	Bentsoiini	0,50	0,50	0,50	0,50
	Titaanidioksidi	39,5	39,5	39,5	39,5

25 Huomautukset

¹⁾ Polyesteri, jonka happoluku on noin 34 ja jota on saatavana nimellä Grilrsta V76-12 yhtiöltä EMS-American Grilon, Inc.

²⁾ Modaflow III on akryylikopolymeeri piidioksiditukiaineella ja sitä on saatavana yhtiöltä Monsanto Company.

Kokoonpanon aineosia esisekoitettiin Henschel-suurtehosekottimessa nopeudella 1800 rpm 1 minuutti ja seos suulakepuristettiin sitten Werner-Pfleiderer ZSK-30-ekstruuderilla 100 °C:ssa. Puristeet jäähdytettiin sitten, murskattiin, jauhettiin Micropul-vasaramyllyssä, seulottiin 140 meshin seulan läpi ja ruiskutettiin sähköstaattisesti Bon-

derite 1000-alustoille Volstatic-pistoolilla. Pulveripinnoitteiden kovettamista suoritettiin ilman pakkokierto-uunissa 180 °C:ssa 20 minuuttia. Näiden pinoitteiden mekaaniset ja optiset ominaisuudet esitetään seuraavassa taulukossa 4.

Taulukko 4

Näyte	Happo-% ¹⁾	Kiilto 20/60	DOI ²⁾	Appelsiinin- kuori ³⁾	Isku- vas- ta/suo- ra	T-tai- vutuk- set	Kynäko- vuus
A	0	75/92	40	4	>18/>18	T-O	H
B	0,5	74/92	35	5-6	>18/>18	T-O	H
C	2	87/91	55	5	>18/>18	T-O	H
D	4	87/93	50	6	>18/>18	T-O	H

Huomautukset:

1) Happo-% on laskettu polyesterihartsista.

2) DOI-asteikko on 0-100; 100 = paras.

3) Appelsiinininkuoriasteikko on 0-10; 10 = paras.

Esimerkki 5: Akryylipulveripinnoitteen valmistus

Pigmentoitu pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää beta-hydroksialkyyliamidisilloitusainetta, karboksyylihappoa sisältävää akryylipolymeeria ja 4 % (akryylihartsista laskettuna) steariinihappoa monofunktionaalisenä happolisäaineena, valmistetaan seuraavasti. Vertailuna esitetään vastaava systeemi ilman monofunktionaalista karboksyylihappoa. Kaikki arvot ovat prosentteja koko kokoonpanosta.

AineosaNäyteAB

Karboksyylihapporyhmän

sisältävä akryyliharts¹⁾ 56,42 53,45

Hydroksialkyyliamidi 3,22 3,64

Modaflow III²⁾ - 0,76

Resiflow P-67 ³⁾	0,60	-
Steariinihappo	-	2,14
Bentsoiini	-	0,49
Titaanidioksidi	39,76	39,50

5 Huomautukset:

1) Akryylihartsi, saatavana nimellä SCX-815B yhtiöltä S.C. Johnson Co.

2) Modaflow III on akryylikopolymeeri piidioksiditukiaineella ja sitä on saatavana yhtiöltä Monsanto Company.

10 3) Resiflow P-67 on akryylivirtausaine, saatavana yhtiöltä Estron Chemical.

Kokoonpanon aineosia esisekoitettiin Henschel-suurte-
hosekoittimessa nopeudella 1800 rpm 1 minuutin ajan ja suu-
lakepuristettiin sitten Werner-Pfleiderer ZSK-30-ekstruude-
rillä 110 °C:ssa. Puristeet jäähdytettiin sitten, murskat-
tiin, jauhettiin Micropul-vasaramyllyssä, seulottiin 140
meshin seulan läpi, ja ruiskutettiin sähköstaattisesti Bon-
derite 1000-alustoille Volstatic-pistoolilla. Pulveripin-
noitteiden kovettamista suoritettiin ilman pakkokierto-
uunissa 180 °C:ssa 30 minuutin ajan. Näiden pinnoitteiden
mekaaniset ja optiset ominaisuudet esitetään seuraavassa
taulukossa 5.

Taulukko 5

25	Happo-	Kiilto	DOI ²⁾
	<u>Näyte</u>	<u>% ¹⁾</u>	<u>20/60</u>
	A	0	63/85
	B	4	92/>110

30 Huomautukset:

1) Happo-% on laskettu akryylihartsista.

2) DOI-asteikko on 0-100; 100 = paras.

Esimerkki 6: QUV-8 säänkesto

35 Bonderite 1000-paneeleja, jotka oli pinnoitettu esimerkin 3
pulveripinnoituskoostumuksilla, asetettiin QUV-veteromet-
riin, joka oli varustettu "B"-hehkulampulla (säteilymaksimi

313 nm). Veterometrin kiertojakso oli 8 tuntia valoa 65 °C:ssa ja 4 tuntia jäähtytystä 40 °C:ssa. Paneelit asetettiin aina kiiltomittariin ja niiden 20 ° ja 60 °:n kiilto mitattiin valojakson aikana. Kiillon pysyvyys, joka mitattiin annetun kiiltotason säilymisaikana (tunneissa), laskettiin kiiltomittauksista ajan funktiona. Nämä tulokset esitetään taulukossa 6.

Taulukko 6

Näyte	Pysyvyys-% 306 h jälkeen	Aika 60 %:n pysyvyyteen, h	Aika 50 %:n pysyvyyteen, h	Pysyvyys-% 306 h jälkeen	Aika 80 %:n pysyvyyteen, h	Aika 90 %:n pysyvyyteen, %
A	30	245	257	66	272	290
B	47	274	295	73	285	312

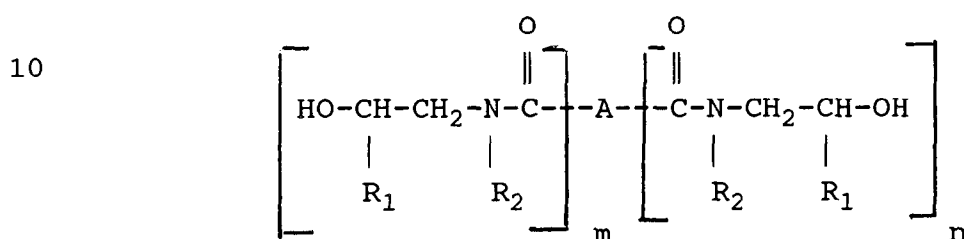
Edellä olevat tulokset osoittavat, että tämän keksinnön kertamuoviset pulverikoostumukset tuottavat hyvät ja parannetut optiset ominaisuudet säilyttäen samalla muut toivotut ominaisuudet.

Patenttivaatimukset

1. Kertamuovinen pulveripinnoituskoostumus, joka sisältää
5 karboksyylihapporyhmän sisältävää polyesteriä; monokarbok-
syylihapporyhmän sisältävää materiaalia; ja kovetusainetta;
t u n n e t t u siitä, että kovetusaine on beta-hydrok-
sialkyyliamidikovetusainetta ja/tai epoksifunktionaalista,
silloittuvaa kovetusainetta ja
10 että monokarboksyylihapporyhmän sisältävää materiaalia on
läsnä noin 0,5-15 painoprosentin määrä polyesterin painosta
laskettuna.
2. Patenttivaatimusken 1 mukainen koostumus, t u n n e t -
t u siitä, että monokarboksyylihapporyhmän sisältävä mate-
15 riaali on valittu ryhmästä, johon kuuluvat steariini-, my-
ristiini-, palmitiini-, fenoksietikka-, fenoksipropioni-,
krotoni-, bentsyyli- ja mantelihapot; aromaattiset hapot,
kuten bentsoe-, tolu- (orto-, meta- ja para-), asetyy-
lialisyyli-, salisyyli-, metoksibentsoe-(anisiini-), iso-
20 propyylibentsoe- ja kanelihapot; sykloalifaattiset hapot,
kuten sykloheksaanikarboksyylihappo, syklopentaanikarbok-
syylihappo, furoiinihappo ja niiden seokset.
3. Patenttivaatimukset 2 mukainen koostumus, t u n n e t -
25 t u siitä, että monokarboksyylihapporyhmän sisältävä mate-
riaali on steariinihappo, bentsoehappo, kanelihappo tai
furoiinihappo.
4. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen
30 koostumus, t u n n e t t u siitä, että karboksyylihappo-
ryhmän sisältävä polyesteri on muodostettu joko alifaattis-
ten polyolien tai sykloalifaattisten polyolien kondensaa-
tioreaktiolla joko alifaattisten tai aromaattisten polykar-
boksyylihappojen ja -anhydridien kanssa, ja että polyeste-
35 rin Tg on noin 30-85 °C ja happoluku noin 20 - 80.
5. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen

koostumus, t u n n e t t u siitä, että monokarboksyylihapporyhmän sisältävä polyesteri muodostaa noin 1 - 10 painoprosenttia polyesterin painosta.

- 5 6. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että beta-hydroksialkyyliamidilla on rakennekaava



- 15 jossa R_1 on H tai C_1 - C_5 -alkyyli-ryhmä; R_2 on H, C_1 - C_5 -alkyyli-ryhmä tai ryhmä



- jossa R_1 on sama kuin edellä esitettiin ja A on kemiallinen sidos tai yksiarvoinen tai moniarvoinen orgaaninen radikaali, joka on peräisin tyydytetyistä, tyydyttämättömästä tai aromaattisesta hiilivedystä mukaanluettuna substituoidut hiilivetyradikaalit, jotka sisältävät 2-20 hiiliatomia, m on 1-2, n on 0-2 ja $m + n$ on vähintään 2.
- 25

7. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että beta-hydroksialkyyliamidin ja karboksyylihappoekvivalenttien välinen ekvivalenttisuhte on noin 0,6:1 - noin 6:1.
- 30

8. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että monokarboksyylihappo muodostaa noin 1-10 painoprosenttia alkyylihartsin painosta.
- 35

9. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että koostumus sisältää beta-hydroksialkyyliamidikovetusainetta ja epoksifunktionaalista silloittavaa kovetusainetta.
- 40

Missing
part