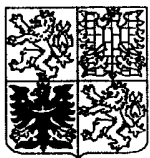


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

288 425

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1998 - 925**

(22) Přihlášeno: **26.09.1996**

(30) Právo přednosti:
26.09.1995 DE 1995/19535824

(40) Zveřejněno: **17.06.1998**
(Věstník č. 6/1998)

(47) Uděleno: **11.04.2001**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **13.06.2001**
(Věstník č. 6/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/EP96/04208**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 97/12005**

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁷:
C 09 D 151/08
C 08 F 283/12

(73) Majitel patentu:

WACKER-CHEMIE GMBH, München, DE;

(72) Původce vynálezu:

Geck Michael Dr., Burghausen, DE;
Goebelmeier Walter, Wurmansquick, DE;
Deubzer Bernward Dr., Burghausen, DE;
Patrick Ekkehard Dr., Burgkirchen, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název vynálezu:

**Částice předem zesíťovaného silikonového
elastomeru s povlakem organického polymeru
jako součást kompozic práškových laků**

(57) Anotace:

Použití částic z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součástí kompozice práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv, přičemž částice silikonového elastomeru obsahují a) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (RSiO_{3/2})_y \cdot (SiO_{4/2})_z$, kde $x = 5$ až 99,5 % molárních, $y = 0,5$ až 95 % molárních, $z = 0$ až 30 % molárních a b) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru, a R znamená stejné nebo rozdílné jednomocné alkylové nebo alkenylové zbytky s 1 až 6 uhlíkovými atomy, arylové zbytky nebo substituované uhlovodíkové zbytky.

CZ 288425 B6

Částice předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součást kompozic práškových laků

5 Oblast techniky

Vynález se týká částic předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součástí kompozic práškových laků a kompozic práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv s částicemi předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru.

Dosavadní stav techniky

15 Práškové laky sestávají z pevných pojiv na bázi termoplastických nebo termosetických plastických hmot jako jsou epoxidové, polyurethanové, akrylové nebo polyesterové pryskyřice, pigmentů a dalších aditiv jako jsou například zesíťující katalyzátory. Tyto kompozice se nanášejí v práškové formě na převážně kovové substráty. Uvedená termoplastická nebo termosetická pojiva jsou obecně tvrdá ale křehká; ke zlepšení lakařských vlastností je proto často nutná modifikace polymerního systému ke zlepšení houževnatosti.

Aby se dosáhlo dobré rázové houževnatosti při současném zachování stávajících požadovaných vlastností polymeru jako je tvrdost, tvarová stálost a mechanická pevnost, musí se modifikátor ke zlepšení houževnatosti zabudovat do termoplastického případně termosetického systému ve formě separátní, diskretní mikrofáze s optimalizovanou velikostí i tvarem částic. To je řízeným a reprodukovatelným způsobem možné jen tak, že se modifikátor ke zlepšení houževnatosti použije ve formě částic s definovanou velikostí částic a rozdělením velikosti částic jako jedna z komponent. Dále se musí zajistit dobrá snášlivost partikulárního modifikátoru s polymerní maticí. Potom jsou dominantní velikosti modifikační fáze přesně definovány průměrem částic. Pouze při dokonalém oddělení fází nedochází k žádnému nežádoucímu změkčení polymerní matrice, které by mělo za následek ztrátu, případně negativní ovlivnění vlastností polymerní matrice, jako je tvrdost, tvarová stálost a mechanická pevnost.

Silikony jsou jako modifikátory pro termoplasty nebo termosety známy a jsou předmětem obzvláštního zájmu, protože tyto látky nejenom zvyšují rázovou houževnatost, nýbrž také zlepšují flexibilitu při nízkých teplotách, odolnost proti povětrnostním vlivům, odolnost proti namáhání při měnících se teplotách a chemickou odolnost termoplastických a termosetických organických polymerních systémů. Obecně je ovšem nevýhodou zásadní nesnášlivost silikonů s organickými polymery. V důsledku této nesnášlivosti vznikají obecně při používání silikonových olejů a pryskyřic jako přídatných látek pro práškové laky problémy při zpracování, jako je kontaminace v míchacích zařízeních a zařízeních pro extruzi. Při používání může dojít k poruchám rozlivu, migraci silikonu jsou vyvolány problémy s přilnavostí a problémy při přelakovávání.

45 V US 5 280 098 se popisují silikonové pryskyřice s epoxidovou funkcí jako jediná pojiva případně jako součást pojivových prostředků v kombinaci s organickými pryskyřicemi k formulaci práškových laků. Zavedením epoxidové skupiny se má zlepšit elasticita a kompatibilita s organickými pryskyřicemi. Koncept řízené separace mikrofází není se silikonovými pryskyřicemi s epoxidovou funkcí realizovatelný, protože nevykazují žádnou partikulární strukturu s definovaným průměrem částic.

V US 5 227 435 se navrhuje substituovat v práškových lacích polyesterové pojivo polyesterem modifikovaným silikonem, který se získá kondenzací OH-funkčních siloxanů s glykolem, následnou esterifikací karboxylovou kyselinou a reakcí s anhydridem. EP-A 275 051 se týká

mezi jiným silikonových pryskyřic roubovaných akrylátem, které se popisují jako pojivo pro práškové laky se zlepšeným profilem vlastností filmů z nich získaných.

Nevýhodou postupů podle US 5 227 435 a EP-A 275 051 je, že v nich popsané silikonové polymery jako pojivo se popisují jako náhrada obvyklých termoplastů nebo termosetů. Následně se musí silikonová součást zabudovat do stávajícího polymerního systému nákladnou chemickou reakcí, každý specifický pojivový systém se musí syntetizovat v zásadě nově. Problémy s kontaminací typické pro silikony se ani takovými pojivovými systémy nevyloují. Řízená separace mikrofází není ani zde možná, protože se zde opět nejedná o modifikátor s partikulární strukturou.

EP-A 217 257 se týká organopolymerem roubovaných diorganosiloxanových polymerů, které mohou být nezesíťované nebo zesíťované. Tento prášek se zpracovává „per se“ a nepoužívá se jako aditivum. Při zpracovávání pomocí válcování, kalandrování a hnětení se získají gumovitě elastické kaučukové směsi, ale žádné práškovité lakové kompozice na bázi termoplastických nebo duroplastických prášků.

Vzniká proto úkol dát k dispozici kompozice práškových laků na základě obvyklých termoplastických nebo termosetických pojiv, které vykazují zlepšenou rázovou houževnatost a odolnost proti povětrnostním vlivům, při současném zachování stávajících požadovaných vlastností polymeru pojiva jako je tvrdost, tvarová stálost a mechanická pevnost.

Podstata vynálezu

Překvapivě byl tento úkol vyřešen použitím částic z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součástí kompozice práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv.

Předmětem vynálezu je použití částic z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součástí kompozice práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv, přičemž částice silikonového elastomeru obsahují

a) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x.(RSiO_{3/2})_y.(SiO_{4/2})_z$, kde $x = 5$ až 99,5 % molárních, $y = 0,5$ až 95 % molárních, $z = 0$ až 30 % molárních a

b) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,

a R znamená stejné nebo rozdílné jednomocné alkylové nebo alkenylové zbytky s 1 až 6 uhlíkovými atomy, arylové zbytky nebo substituované uhlovodíkové zbytky.

Částice silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru použité jako součást kompozic a způsob jejich výroby jsou popsány v EP-A 492 376 (US 5 223 586). Předzesíťování částic silikonového elastomeru znamená, že tyto částice jsou zesíťovány pomocí $(RSiO_{3/2})-$ a $(SiO_{4/2})-$ jednotek.

Částice silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru obsahují s výhodou

a) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x.(RSiO_{3/2})_y.(SiO_{4/2})_z$, kde $x = 50$ až 99 % molárních, $y = 1$ až 50 % molárních, $z = 0$ až 20 % molárních a

- b) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,

přičemž R má výše uvedený význam.

- 5 Jemnozrnné roubované kopolymery mají s výhodou střední průměr částic 10 až 300 nm, obzvláště výhodně 30 až 150 nm. Velikost částic může kolísat ve výše uvedeném rozmezí, s výhodou je monomodální rozdělení velikosti částic s indexem polydisperzity nejvýše $\sigma_2 = 0,2$.
- 10 S výhodou jsou zbytky R alkylové zbytky jako methyl-, ethyl-, n-propyl-, isopropyl-, n-butyl-, sek.-butyl-, amyl-, hexylový zbytek; alkenylové zbytky jako vinyl-, allyl-, butenyl- a 1-hexenylový zbytek; arylové zbytky jako fenylový zbytek; nebo substituované uhlovodíkové zbytky, jako halogenované uhlovodíkové zbytky, merkaptalkylové zbytky, kyanoalkylové zbytky, aminoalkylové zbytky, acyloxyalkylové zbytky, hydroxyalkylové zbytky.
- 15 Obzvláště výhodné jsou zbytky methyl-, ethyl-, propyl-, fenyl-, vinyl-, allyl-, 1-hexenyl-, 3-methakryloxypropyl- a 3-merkaptopropyl-, přičemž méně než 30 % molárních zbytků v siloxanovém polymeru jsou vinylové, 3-methakryloxypropylové nebo 3-merkaptopropylové skupiny.
- 20 Jako monomery pro organickou polymerní součást b) se s výhodou použijí estery kyseliny akrylové nebo estery kyseliny methakrylové a mono- a diestery kyseliny fumarové a maleinové alifatických alkoholů a diolů s 1 až 10 uhlíkovými atomy, amidy kyseliny akrylové a methakrylové, akrylonitril, styren, p-methylstyren, α -methylstyren, divinylbenzen, vinylacetát, vinylpropionát, maleinimid, vinylchlorid, mono- a divinyleter, ethylen, butadien, isopren a chloropren.
- 25 Obzvláště výhodný je styren a estery kyseliny akrylové a estery kyseliny methakrylové s alifatickými alkoholy s 1 až 4 uhlíkovými atomy, příkladně methyl(meth)akrylát, butyl(meth)akrylát a glycidyl(meth)akrylát. Jako organické polymerní součásti jsou vhodné jak homopolymery, tak i směsné polymery uvedených monomerů.
- 30 Výroba základního roubovaného polysiloxanu se provádí způsobem emulzní polymerace nadávkováním odpovídající směsi monomerního silanu typu $R_aSi(OR)_{4-a}$, kde $a = 0,1$ nebo 2, nebo případně nízkomolekulárního siloxanu obecného vzorce $(R_2SiO)_n$, kde $n = 3$ až 8, k pohybující se směsi emulgátor/voda. Zbytek R má výše uvedený význam. R znamená alkylový zbytek s 1 až 6 uhlíkovými atomy, arylový zbytek nebo substituovaný uhlovodíkový zbytek,
- 35 výhodné jsou methylové, ethylové a propylové zbytky. Silan nebo směs silanu nebo směs silan/siloxan se nadávkuje. Emulzní polymerace se provádí při teplotě 30 až 90 °C, s výhodou 60 až 85 °C, a s výhodou při normálním tlaku. Hodnota pH polymerní směsi činí 1 až 4, s výhodou 2 až 3.
- 40 Příklady vhodných silanů jsou pro silany obecného vzorce $R_2Si(OR)_2$ dimethyldiethoxysilan nebo dimethyldimethoxysilan, pro oligomery vzorce $(R_2SiO)_n$, kde $n = 3$ až 8 oktamethylcyklotetrasiloxan nebo hexamethylcyklotrisiloxan, pro silany obecného vzorce $RSi(OR)_3$ methyltrimethoxysilan, fenyltriethoxysilan, 3-chlorpropyltrimethoxysilan, 3-merkaptopropyltrimethoxysilan nebo methakryloxypropyltrimethoxysilan, a pro silany obecného vzorce $Si(OR)_4$
- 45 tetramethoxysilan nebo tetraethoxysilan.
- V posledním kroku výrobního procesu se již jmenované ethylenicky nenasycené monomery naroubují na polysiloxanový roubovací základ. Roubování se provádí způsobem emulzní polymerace v přítomnosti radikálových iniciátorů rozpustných ve vodě nebo v monomeru.
- 50 Izolace roubovaného kopolymeru z emulze se provádí známými způsoby. Příkladně koagulací pomocí přídavku soli nebo přídavkem polárních rozpouštědel a nebo rozstřikovacím sušením.
- Stupeň zesítnění silikonového jádra přitom určuje jeho elastické vlastnosti a může se řídit vhodnou volbou výchozích složek, odpovídajících alkokysilanů a/nebo siloxanů k získání jednotek $(RSiO_{3/2})$ -, případně $(SiO_{4/2})$ - způsobem známým odborníkům. Vestavění silanových stavebních
- 55

jednotek s olefinicky nenasycenými dvojnými vazbami, příkladně vinylovými nebo 3-methakryloxypropylovými zbytky, umožňuje v následující roubovací polymeraci chemickou vazbu povlaku organického polymeru na silikonové jádro kovalentními vazbami. Volbou vhodných monomerů pro výstavbu organického polymerního povlaku b) mohou být polymerní organické povlaky 5 připravovány cíleně podle podání. Tak se může roubováním povlaku ze směsného polymeru, příkladně z methylnmethakrylátu (vysoké Tg) a n-butylakrylátu (nízké Tg) na zesítěné silikonové jádro cíleně nastavit teplota měknutí polymerního povlaku a tím přesně přizpůsobit požadavkům při zpracování složek práškového laku, především při extruzi. Roubováním povlaku ze směsného polymeru, příkladně z methylnmethakrylátu a glycidylmethakrylátu na zesítěné silikonové jádro se 10 může v důsledku zavedení epoxidových funkcí do povlaku organického polymeru pomocí glycidylmethakrylátu dosáhnout jednak navázání matrice mezi částicemi modifikátoru a pojivovou pryskyřicí kompozice práškového laku, a jednak mohou tyto částice modifikátoru působit jako zesilující prostředky v pojivech na bázi polyesterových pryskyřic.

15 Nejvýhodnější jsou podle toho částice zesíťovaného silikonového elastomeru s jádrem z $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (RSiO_{3/2})_y$, kde $x = 80$ až 99 % molárních a $y = 1$ až 20 % molárních, přičemž R může být stejné nebo rozdílné a má význam R = methyl, 3-methakryloxypropyl, a s povlakem z poly(methylnmethakrylátu) nebo povlakem ze směsného polymeru z methylnmethakrylátu a butylakrylátu, případně glycidylmethakrylátu.

20 Podíl jádrového polymeru, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru činí obzvláště výhodně 50 až 75 % hmotnostních, podíl povlaků z organického polymeru tak obzvláště výhodně 25 až 50 % hmotnostních. To odpovídá stupni naroubování organického polymeru 33 až 100 % hmotnostních.

25 Aditivní charakter částic silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru a jednoduché zapracování kompaundováním umožňují použití všech běžných pojivových systémů pro práškové laky. Příklady pojivových systémů pro práškové laky jsou epoxidové pryskyřice, epoxid-novolakové pryskyřice, polyesterové pryskyřice, epoxid-polyesterové pryskyřice, 30 hybridní polyesterové pryskyřice, polyakrylátové pryskyřice, polymethakrylátové pryskyřice, polyurethanové pryskyřice, polyethylenové pryskyřice (HD-PE, LD-PE, LLD-PE), polypropylenové pryskyřice, polyvinylchloridové pryskyřice, směsné polymery ethylen/vinylacetát, polyamidy a estery celulózy.

35 Obecně se částice ze silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru přidávají v množství 0,5 až 20 % hmotnostních, s výhodou 1,0 až 10 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost podílu silikonového elastomeru a pojiva.

40 Částice silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru se mohou po smísení s pojivem, pigmenty a dalšími aditivy a případně tužidly zpracovávat extrudováním nebo obdobným mísicím postupem v rozsahu teplot 5 až 160 °C, s výhodou 60 až 110 °C za vzniku práškových laků. To odpovídá obvyklým procesním způsobům výroby práškových laků. Drcení, mletí a síťování se může provádět podle stavu techniky.

45 Obecně se postupuje tak, že se pojivová složka předem rozdrť a s částicemi silikonového elastomeru, pigmenty, katalyzátory a aditivy se intenzívně promísí příkladně ve fluidním mísicím zařízení. Směs se přes dávkovací zařízení dopraví do extruderu, ve kterém se materiál roztaví a homogenizuje při teplotách, které leží nad teplotou bodu měknutí pojiva a pod teplotou nastartování zesíťujícího katalyzátoru (tužidla.). Extrudovaný, pastovitý materiál se po výstupu 50 z extruzní trysky vyválnuje na válcích na sílu vrstvy 2 až 3 mm, ochladí se, rozdrť a jemně semele; nakonec se prášek sítuje na požadovanou jemnost zrna.

Takto získané kompozice práškových laků je možné zpracovávat způsoby nanášení známými pro 55 práškové laky, příkladně elektrostatickým stříkáním, elektrostatickým povlakováním, způsoby tribo- a korona-, sintrováním ve vlnosku, elektrostatickým sintrováním ve vlnosku, nátravným

5 sintrováním a odstředivým litím. Všem sintrovacím způsobům je společné, že se materiál při tvorbě vrstvy nataví za přívodu tepla; u termosetických plastů se potom ještě uzavírá cyklus vytvrzování. Elektrostatickým způsobům nanášení je společné, že se prášek zpravidla nanáší na uzemněný, chladný základní materiál. Částice prášku ulpívají na základě jejich elektrostatického náboje na materiálu, který se potom zahřeje v peci, přičemž se částice roztaví a v případě vytvrditelných plastů vytvrdí.

10 Kompozice práškových laků podle vynálezu jsou vhodné pro všechna použití práškových laků, například lakování kovu v automobilovém průmyslu (čirý lak, krycí lak, vnitřní lak, plnivo, ochrana proti proražení kamínky a ochrana spodních částí), kolejových vozidel a letadel (vnější lak), domácích přístrojů (příkladně skříní mrazniček, skříní chladniček, myček nádobí), vnějších částí budov (okenní rámy, kryty fasád, dveře, brány) a vnitřních částí (kovový nábytek, části svítidel), jízdních kol, sněžných skútrů, kontejnerů, krytů, hliníkových ráfků.

15 V kompozicích práškových laků podle vynálezu je splněno požadované kritérium separace mikrofází ke zlepšení rázové houževnatosti v termoplastech a termosetech při současném zachování stávajících vlastností polymeru jako je tvrdost, tvarová stálost a mechanická pevnost. Vedle zlepšení rázové houževnatosti (za nízkých teplot) se kompozicemi práškových laků dosahuje například ještě zlepšené trvalosti lesku, (odolnost vůči účinkům povětrnosti) a pevnost proti vrypu, přičemž tvrdost, tvarová stálost a mechanická pevnost nejsou negativně ovlivněny. Částice 20 silikonového elastomeru s povlaky organického polymeru je možné jednoduše a bez problémů vpracovat jako součásti kompozice obvyklými procesními technikami do kompozic práškových laků (kompaundovatelnost). Nedochází k problémům s kontaminací a závadám při rozlivu. Existuje možnost přelakovat výsledné práškové laky.

25 Výsledky zkoušek v dále uvedených příkladech dokládají, že (rázová) houževnatost práškových laků, také při nízkých teplotách, se přidávkem částic silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru zlepší, aniž by byla negativně ovlivněna tvrdost a přilnavost práškového laku. Navíc se ještě zlepší odolnost proti povětrnostním vlivům.

30

Příklady provedení vynálezu

35 Příklady 1 - 2, srovnávací příklad 1
(Tabulka 1)

40 Polyesterový práškový lak obsahující karboxylové skupiny (Basis Uralac, firma DSM) se smísí s 10 % hmotnostních (příklad 1), 3 % hmotnostních (příklad 2) a 0 % hmotnostních (srovnávací příklad 1) silikonových částic s jádrem z $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (R SiO_{3/2})_y$, ($x = 95$ % mol., $y = 5$ % mol.; $R =$ methyl, $R =$ methyl, 3-methakryloxypropyl) a povlakem polymethylmethakrylátu (PMMA – stupeň roubování 50 % hmotnostních, velikosti primárních částic 100 nm), extruduje se (extruder; MP 2000PC, firma APV-Baker), mele, sítuje a následně se nastříká ruční práškovou pistolí (ESB Integral 2020, firma Wagner) na hliníkové případně kovové plechy. Vypalování se provádí 45 po dobu 10 minut při teplotě 200 °C. Výsledky zkoušek práškových laků jsou shrnuty v Tabulce 1.

Vedle zkušebních norem uvedených v tabulce byly používány následující zkušební metody.

- 50
- kyvadlová tvrdost podle Königa byla zkoušena podle DIN 53 137,
 - Reverse impact byl zjišťován zkouškou úderem koule zkušebním přístrojem Erichsen-Kulegschlag typu 304, a
 - mřížkový řez byl zjišťován postupem podle DIN 53 151.

Zkoušky ukazují, že houževnatost (Reverse impact) a přilnavost (mřížkový řez, klima s kondenzující vodou) se přidavkem prášku silikonového elastomeru s povlakem PMMA; tvrdost nebyla negativně ovlivněna. Měření poklesu lesku po 2000 hodinách vlivu povětrnosti QUV-B (trojrozsahový měřicí přístroj lesku Dr. Lange) vykazala pro práškový lak ze srovnávacího příkladu 1 ve srovnání s práškovým lakem z příkladu 1 o 200 % vyšší pokles lesku. Odolnost prášku proti vlivu povětrnosti QUV-B se přidavkem částic silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru rovněž zlepšil.

10 Příklad 3

Akrylátový práškový lak (Basis Alftalat, firma Hoechst) se smísí se 2 % hmotnostních, 5 % hmotnostních, 10 % hmotnostních silikonových částic podle příkladu 1 - 2, mele, sítuje a následně se nastříká ruční práškovou pistolí (ESB Integral 2020, firma Wagner) na hliníkové, případně kovové plechy. Vypalování se provádí po dobu 20 minut při teplotě 160 °C. Z výsledků měření (při teplotě -20 °C) vyplývá, že se stoupajícím množstvím částic silikonového elastomeru s povlakem PMMA z 2 % hmotnostních na 10 % hmotnostních vzroste hodnota Reverse impact o 50 %.

20

Příklad 4

Epoxidový práškový lak (Basis Araldite, firma Ciba Geigy) se smísí se 5 % hmotnostních a 10 % hmotnostních silikonových částic podle příkladu 1 - 2, extruduje se (Extruder : ZSK 25, firma Werner & Pfleiderer) a následně se nastříká ruční práškovou pistolí (Mars II PL-6, firma Böllhofer) na kovové plechy. Vypalování se provádí po dobu 10 minut při teplotě 180 °C. Z výsledků měření vyplývá, že se stoupajícím množstvím částic silikonového elastomeru s povlakem PMMA z 5 % hmotnostních na 10 % hmotnostních vzroste hodnota Reverse impact o 10 %, případně 40 %. Zároveň se zlepšila pevnost proti proražení kamínkem.

30

Tabulka 1(1. část).

	Srovnávací příklad 1	Příklad 2	Příklad 1
Podíl prášku silikonového elastomeru s povlakem PMMA	0 % hmotn.	3 % hmotn.	10% hmotn.
Průměrná síla vrstvy laku	82±6 µm	83±6 µm	80±11 µm
Kyvadlová tvrdost König	148	146	125
Tužková tvrdost	5H	5H	5H
Dvojitý vryp MEK	> 200	> 200	> 200
Reverse Impact in x lbs	70	80	89
T-Bend	0	0	0

35 Tabulka 1(dokončení).

Test v solné mlze podle SS DIN 50 021, doba testu 263 hod.			
Mřížkový řez bez lepicího pásu	Gt 1	Gt 1	Gt 1
Mřížkový řez s lepicím páskem	Gt 1	Gt 1	Gt 1
Stupeň rezivění podle DIN 53 210	R _i 3	R _i 3	R _i 3
Stupeň bublinkovatění podle DIN 53209	ne	ne	ne
Rez (křížový řez)	3	3	2
Klima s kondenzující vodou podle SK DIN 50 017, doba testu 640 hodin			
Mřížkový řez bez lepicího pásu	Gt 4	Gt 2	Gt 0
Mřížkový řez s lepicím páskem	Gt 5	Gt 3	Gt 0

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Použití částic z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jako součástí kompozice práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv, přičemž částice silikonového elastomeru obsahují
- 10 a) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x.(RSiO_{3/2})_y.(SiO_{4/2})_z$, kde $x = 5$ až 99,5 % molárních, $y = 0,5$ až 95 % molárních, $z = 0$ až 30 % molárních a
- 15 b) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,
- a R znamená stejné nebo rozdílné jednomocné alkylové nebo alkenylové zbytky s 1 až 6 uhlíkovými atomy, arylové zbytky nebo substituované uhlovodíkové zbytky.
- 20 2. Použití podle nároku 1, při kterém částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru obsahují
- a) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x.(RSiO_{3/2})_y.(SiO_{4/2})_z$, kde $x = 50$ až 99 % molárních, $y = 1$ až 50 % molárních, $z = 0$ až 20 % molárních a
- 25 b) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,
- 30 přičemž R má výše uvedený význam.
3. Použití podle nároku 1, při kterém částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru obsahují jádro z $(R_2SiO_{2/2})_x.(RSiO_{3/2})_y$, kde $x = 80$ až 99 % molárních a $y = 1$ až 20 % molárních, přičemž R může být stejné nebo rozdílné a má význam R =
- 35 methyl, 3-methakryloxypropyl, a povlak z poly(methylmethakrylátu) nebo povlak ze směsného polymeru z methylmethakrylátu a butylakrylátu, případně glycidylmethakrylátu.
4. Použití podle nároku 1, při kterém částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru vykazují střední průměr částic 10 až 300 nm.
- 40 5. Použití podle nároku 1, při kterém částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru vykazují monomodální rozdělení velikosti částic s indexem polydisperzity nejvýše $\sigma_2 = 0,2$.
- 45 6. Použití podle nároku 1, při kterém částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jsou v kompozicích práškových laků obsaženy v množství 0,5 až 20 % hmotnostních, vždy vztaženo na celkovou hmotnost podílu silikonového elastomeru a pojiva.
- 50 7. Kompozice práškových laků na bázi termoplastických nebo termosetických pojiv, které jako součást kompozice obsahují částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru, vyznačující se tím, že částice silikonového elastomeru obsahují

- a) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (RSiO_{3/2})_y \cdot (SiO_{4/2})_z$, kde $x = 5$ až 99,5 % molárních, $y = 0,5$ až 95 % molárních, $z = 0$ až 30 % molárních a
- 5 b) 5 až 95 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,
- a R znamená stejné nebo rozdílné jednomocné alkylové nebo alkenylové zbytky s 1 až 6 uhlíkovými atomy, arylové zbytky nebo substituované uhlovodíkové zbytky.
- 10 8. Kompozice podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru obsahují
- 15 a) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, jádrového polymeru obecného vzorce $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (RSiO_{3/2})_y \cdot (SiO_{4/2})_z$, kde $x = 50$ až 99 % molárních, $y = 1$ až 50 % molárních, $z = 0$ až 20 % molárních a
- b) 20 až 80 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kopolymeru, povlaku z organického polymeru jednou nebo vícenásobně ethylenicky nenasyceného monomeru,
- 20 přičemž R má výše uvedený význam.
9. Kompozice podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru obsahují jádro
- 25 z $(R_2SiO_{2/2})_x \cdot (RSiO_{3/2})_y$, kde $x = 80$ až 99 % molárních a $y = 1$ až 20 % molárních, přičemž R může být stejné nebo rozdílné a má význam R = methyl, 3-methakryloxypropyl, a povlak z poly(methylmethakrylátu) nebo povlak ze směsného polymeru z methylmethakrylátu a butylakrylátu, případně glycidylmethakrylátu.
- 30 10. Kompozice podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru vykazují střední průměr částic 10 až 300 nm.
11. Kompozice podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru vykazují monomodální rozdělení velikosti částic s indexem polydisperzity nejvýše $\sigma_2 = 0,2$.
- 35 12. Kompozice podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že částice z předem zesíťovaného silikonového elastomeru s povlakem organického polymeru jsou v kompozicích práškových laků obsaženy v množství 0,5 až 20 % hmotnostních, vždy vztaženo na celkovou hmotnost podílu silikonového elastomeru a pojiva.
- 40

45

Konec dokumentu
