(19)

SUOMI - FINLAND
(FI)

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

(10) **FI 940481 A7**

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 940481

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
B05D 1/02

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **02.02.1994**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **02.02.1994**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **04.08.1994**

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

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

03.02.1993 US 012674 15.11.1993 US 153239

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •**Rohm and Haas Company,** 100 Independence Mall West, Philadelphia Pa. 19106-2399, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •**Gebhard, Matthew Stewart,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 •**Simon, Ethan Scott,** 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
Mikrovaahdon vähentäminen ruiskutuksella levitetyssä vesipohjaisessa koostumuksessa
Reducering av mikroskum i en spray-applicerad vattenburen komposition

L4

Mikrovaahdon vähentäminen ruiskuttamalla levitetyssä vesipohjaisessa koostumuksessa

Tämä keksintö liittyy menetelmään mikrovaahdon määrän vähentämiseksi ruiskuttamalla levitetyssä vesipohjaisessa polymeerikoostumuksessa ja siitä saadaan käyttöön menetelmä sumutuskuivatun vesipohjaisen polymeerikoostumuksen tiheyden suurentamiseksi.

Vesipohjaisia polymeerikoostumuksia, kuten kirkkaita tai värillisiä päällysteitä, levitetään usein alustoille ruiskutusmenetelmillä. Joitakin yleisiä ruiskutusmenetelmiä ovat esimerkiksi hajotusilmaruiskutus, suurpaineruiskutus, hajotusilma-avusteinen suurpaineruiskutus, litteäviuhka- (disc) ja pyöröviuhka (bell) -ruiskutus ja suuritilavuuksinen matalapaineruiskutus. Paineilma on ratkaiseva tekijä ilmahajotusruiskutuksessa, jossa se hajottaa vesipohjaisen polymeerikoostumuksen pisaroiksi ja myötävaikuttaa pisaroiden kuljetuksessa alustalle. Suurpaine-, litteäviuhka- ja pyöröviuhkaruiskutusmenetelmissä vesipohjainen polymeerikoostumus hajotetaan pisaroiksi mekaanisin keinoin ja pisarat suspendoituvat muodostuessaan ilmaan. Hajotusilma-avusteinen suurpaineruiskutus on näiden kahden edellä kuvatun ruiskutusmenetelmän yhdistelmä, jossa ilmaa käytetään kuljettamaan mekaanisin keinoin muodostettuja pisaroita, ja suuritilavuuksinen matalapaineruiskutus on vielä yksi yleisesti tunnettu ilmahajotusruiskutusmuoto. Kulloisessakin tapauksessa liittyy ilma ruiskutusmenetelmien pisaroiksi hajottamisvaiheeseen ja/tai kuljettamisvaiheeseen.

Vesiliukoisia tai veteen liukenemattomia polymeerejä sisältäviin vesipohjaisiin koostumuksiin syntyy usein mikrovaahtoa, kun ne on levitetty alustoille useilla erilaisilla ruiskutusmenetelmillä, joissa ruiskutettaessa käytetään ilmaa. Ruiskuttamalla levitetystä vesipitoisesta koostumuk-

sesta muodostuneeseen kuivuneeseen kalvoon jäänyt mikrovaahto voi heikentää kalvon ulkonäköä, mikä koskee varsinkin kirkasta tai väritöntä kalvoa.

Lisäksi toisessa sovellutusmuodossa voidaan vesiliukoisia tai veteen liukenemattomia polymeerejä sisältäviä vesipohjaisia koostumuksia sumutuskuivattaa kuiviksi jauheiksi. Tällaisten kuivien jauheiden tietyissä käyttömuodoissa on edullista, että jauheen tiheys on mahdollisimman suuri.

Julkaisussa US 4 842 900 on kuvattu menetelmä ja laite, joka on tarkoitettu liikkuvan kudoksen päällystämiseen nestemäisellä päällystyskoostumuksella, jossa kudokseen tunkeutunut ilma korvataan kaasulla, kuten esimerkiksi hiilidioksidilla, jonka liukoisuus nestemäiseen päällystyskoostumukseen on suurempi kuin ilman.

Julkaisussa US 3 661 605 on kuvattu vesipitoinen aerosolikoostumus, joka koostuu homogenoidusta veteen valmistetusta lesitiinidispersiosta ja joka sisältää sellaisen määrän koostumuksen paineistamiseen käytettävää ponneainetta, esimerkiksi hiilidioksidia tai ilokaasua, että tällä saadaan valmistettua lesitiinistä koostuva irrotuspäällyste pinnalle, johon koostumusta sumutetaan. Julkaisussa on lisäksi kuvattu vesipitoisen lesitiinidispersion ruiskutus muilla keinoilla, kuten pursottamalla sitä joustavasta pullosta.

Julkaisussa US 4 869 878 on kuvattu hapettoman työskentelyatmosfäärin aikaansaamiseen käytettävä laite, joka on tarkoitettu ponneaineen ja suojakaasujen, kuten palamisjätekaasu, valmistamiseksi ruiskutuspistoolia varten, jolla sulaa metallia tai keraamista materiaalia levitetään käsiteltävään kappaleeseen.

Julkaisussa US 4 923 720 on kuvattu nestemäisten päällysteiden levitysmenetelmä ja laite, jossa ylikriittisiä nesteitä, kuten nestemäistä ylikriittistä hiilidioksidia, käytetään

viskoottisten päällystyskoostumusten viskositeetin pienentämiseen levityskonsistenssiin niiden levittämiseksi sumutteina.

Julkaisussa JP-A-60/85929 on kuvattu ruiskutuskoostumus, joka sisältää vesiliukoisen hartsin, mukaan lukien vinyyliasetaattihartsin, ja hapen pääsyn estävän aineen, kuten silikoniöljyn. Ruiskutuksessa käytetty ponnekaasu on fluorihiili tai hiilidioksidi.

Julkaisussa GB 2 020 308A on kuvattu aerosolipulloissa, varsinkin lakka-aerosolipulloissa, käytettäväksi tarkoitettu ponneaine, joka perustuu hiilidioksidin, propaanin ja butaanin seoksen käyttöön.

Missään näistä kirjallisuusviitteistä ei ole kuvattu menetelmää mikrovaahdon määrän vähentämiseksi ruiskuttamalla levitetyissä vesipohjaisissa koostumuksissa tai menetelmää sumutuskuivatun vesipohjaisen koostumuksen tiheyden suurentamiseksi.

Olemme tehneet sen keksinnön, että korvaamalla edellä mainituissa ruiskutusmenetelmissä ilma kaasulla, jonka liukoisuuskerroin (joka on määritelty (tuonnempana) on suurempi kuin 1, voimme vähentää levitettyihin vesipohjaisiin polymeeripäällysteisiin muodostuneen mikrovaahdon määrää ja myöskin suurentaa näiden päällysteiden tiheyttä. Edellä esitetyn mukaisesti yhdestä tämän keksinnön kohteesta saadaan käyttöön menetelmä vesipohjaisen polymeerikoostumuksen levittämiseksi alustaansa ruiskuttamalla, jolle menetelmälle on ominaista, että ruiskutuslevityksessä käytetyn kaasun liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi.

Tässä keksinnössä käytetty kaasun "liukoisuuskertoimen" määritelmä on:

$$\text{kaasun liukoisuuskerroin} = \frac{\text{kaasun liukoisuus veteen}}{\text{typen liukoisuus veteen}}$$

jossa liukoisuus on määritetty 25 °C:ssa 1 atmosfäärin kaasunpaineessa.

Joitakin liukoisuuskertoimia on esitetty seuraavassa luettelossa.

Kaasu	Liukoisuus veteen	Liukoisuus-kerroin
Typpi	0,65 millimoolia litraa kohti (1)	-
Hiili-dioksidi	34 millimoolia litraa kohti (1)	52,3
Ilokaasu	24 millimoolia litraa kohti (2)	36,9

1. Clever, H.L. ja Battino, R.; teoksessa "Solutions and Solubilities", toim. Dack, M.R.J., Wiley-Interscience, New York, 1975
2. Battino, R. ja Wilcock, R.J., Chem Rev., 77 (1979) 219.

Vielä yhdestä tämän keksinnön kohteesta saadaan käyttöön menetelmä mikrovaahdon määrän vähentämiseksi ruiskuttamalla levitetyssä vesipohjaisessa polymeerikoostumuksessa, joka menetelmä käsittää sen, että käytetään edellä esitettyä ruiskutusmenetelmää; vielä yksi tämän keksinnön kohde on menetelmä sumutuskuivatun vesipohjaisen polymeerikoostumuksen tiheyden suurentamiseksi, joka menetelmä käsittää sen, että käytetään edellä esitettyä ruiskutusmenetelmää.

"Vesipohjainen polymeerikoostumus" on määritelty tässä keksinnössä koostumukseksi, joka sisältää joko pääasiassa vedestä koostuvaan mediumiin liuotettua liukoista polymeeriä tai tällaiseen mediumiin dispergoitua liukenematonta poly-

meeria tai näiden seoksia. Vesipohjainen polymeerikoostumus voi sisältää polymeerin liuoksen vedessä tai vesipitoisessa mediumissa, joka vesipitoinen medium voi olla esimerkiksi veden ja ainakin yhden veteen sekoittumattoman liuottimen, kuten esimerkiksi isopropanolin, etyleeniglykolibutyylieetterin tai propyleeniglykolipropyylieetterin, seos; vesipohjainen polymeerikoostumus voi sisältää alkaliliukoisen polymeerin, joka on liuotettu alkaliseen vesipitoiseen mediumiin; tai vesipohjainen polymeerikoostumus voi sisältää vesipitoiseen mediumiin valmistetun liukenemattoman polymeerin dispersion, kuten esimerkiksi emulsiopolymeroidun polymeerin.

Vesipohjaisissa polymeerikoostumuksissa olevat polymeerit valmistetaan tavallisesti additiopolymeroimalla ainakin yksi etyleenityyppisesti tyydyttymätön monomeeri, kuten esimerkiksi jokin (met)akryylihappoesteri, jokin vinyyliesteri, styreeni tai butadieeni. Polymeeriin voidaan lisätä myös poolisia monomeerejä, kuten (met)akryylihappoa, itakonihappoa, akryylinitriiliä, dimetyyliaminoetyyli(met)akrylaattia ja hydroksietyyli(met)akrylaattia. Polymeeriin voidaan lisätä pieniä määriä useita etyleenityyppisesti tyydyttymättömiä ryhmiä sisältävää monomeeria. Polymeerin moolimassan muokkaamiseen voidaan käyttää ketjunsiirtoaineita, kuten esimerkiksi merkaptaaneja. Polymeerin ollessa emulsiopolymeroidun polymeerin muodossa voi partikkelien halkaisija olla noin 40 nanometristä noin 4 000 nanometriin.

Vesipohjaisten polymeerikoostumusten kiintoainepitoisuus voi olla noin 20 painoprosenttia - noin 70 painoprosenttia. Viskositeetti voi olla noin 0,05 - noin 10 Pa·s määritettynä Brookfield-viskosimetrillä (malli LVT, jossa on käytetty mittapäätä nro 3 nopeudella 12 kierrosta minuutissa); eri ruiskutusmenetelmille soveltuvat viskositeetit poikkeavat toisistaan huomattavasti.

Vesipohjaiset polymeerikoostumukset voivat sisältää polymeerin lisäksi tavanomaisia komponentteja, kuten esimerkiksi emulgaattoreita, pigmenttejä, täyteaineita, dispergointiaineita, kalvoa muodostavia aineita, liikkumista estäviä apuaineita, kovetteita, paksuteaineita, kostutusaineita, biosidejä, pehmitteitä, vaahdonestoaineita, väriaineita, vahoja ja antioksidantteja.

Ruiskuttamalla levitetty vesipohjainen polymeerikoostumus on koostumus, joka on levitetty ruiskutusmenetelmällä alustaansa, kuten esimerkiksi metalliin, puuhun ja muoviin. Edullinen koostumus on sellainen, joka on levitetty puualustalle, kuten esimerkiksi puu, pohjalakattu puu, UV-kovetteisella täyteaineella käsitelty lastulevy, maalattu puu ja aikaisemmin päällystetty puu; tai autoon kuuluva alusta, kuten esimerkiksi muovi, lujitemuovi (kuten RIM-alusta), metalli, käsitelty metalli, sähkösaostetulla pohjamaalilla päällystetty metalli ja aikaisemmin maalattu metalli; ruiskutusmenetelmällä, kuten esimerkiksi hajotusilma-avusteisella ruiskutuksella, suurpaineruiskutuksella, pyöröviuhka- tai litteäviuhkaruiskutuksella, suurinopeuksisella matalapaineruiskutuksella ja hajotusilma-avusteisella sähköstaattisella ruiskutuksella.

Ruiskutusmenetelmissä vesipohjainen polymeerikoostumus hajotetaan eli se saatetaan muodostamaan pieniä pisaroita, jotka kulkeutuvat alustalle, jossa pisarat muodostavat huomattavan yhtenäisen rakenteen, kuten esimerkiksi kalvon. Tällaisissa ruiskutukseen perustuvissa levitysmenetelmissä vesipohjaisen polymeerikoostumuksen hajotetut pisarat muodostuvat kosketuksessa ja/tai sekoittuneina kaasuun - joka tavanomaisesti on ilmaa. Paineistettua kaasua voidaan tarvita päällysteen hajottamiseen, jollainen on asianlaita esimerkiksi tavanomaisissa ilmahajotteisissa ruiskutuslevityksissä; kaasun on mahdollista virrata alustaa kohti, jolloin se osallistuu ainakin jossain määrin hajotetun koostumuksen kuljetukseen, kuten esimerkiksi hajotusilma-

avusteisessa suurpaineruiskutuslevityksessä; tai kaasu voi olla se medium, jonka läpi mekaanisin keinoin kaasun läsnäollessa hajotettu koostumus liikkuu alustalle, kuten on asianlaita esimerkiksi suurpaineruiskutuksessa ja litteäviuhkaisessa ja pyöröviuhkaisessa levityksessä, joissa mahdollisesti voidaan käyttää apuna sähköstaattista vaikutusta.

Kaasuokkluusioita, "mikrovaahtoa", esiintyy tyypillisesti vesipohjaisessa polymeerikoostumuksessa kun se on levitetty alustalle käyttäen menetelmässä kaasuna ilmaa. Mikrovaahto on haitallinen, se voi aiheuttaa huntua tai himmentymistä kirkkaissa tai olennaisesti värittömissä päällysteissä tai kalvoissa; ja se voi pienentää kirkkaiden tai värillisten päällysteiden tai kalvojen kirkkautta, syvyysvaikutelmaa, kiiltoa tai "kuvan kiiltoterävyyttä". "Mikrovaahto" määritellään tässä keksinnössä olennaisesti pallomaisiksi kaasutäytteisiksi okkluusioiksi, joiden säde on tyypillisesti 10 - 20 mikrometriä. Mikrovaahto-okkluusioissa ei ole riittävän suurta nostetta, jotta ne pääsisivät pois vesipohjaisesta polymeerikoostumuksesta ennenkuin ne jäävät olennaisesti liikkumattomiksi levitettyyn koostumukseen. "Mikrovaahdon määrä", sellaisena kuin se on kuvattu tässä keksinnössä, määritetään laskemalla kuplien lukumäärä valitulla alueella levitetyssä vesipohjaisessa koostumuksessa käyttäen valomikroskooppia 70-kertaisella suurennuksella.

Levitettyyn vesipohjaiseen polymeerikoostumukseen muodostuneen mikrovaahdon määrää pienennetään tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä käyttämällä ilman tilalla kaasua, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi. "Käyttämällä kaasua, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin yksi" tarkoittaa tässä keksinnössä sitä, että ruiskutusmenetelmässä tavallisesti käytetyn ilman tilalla käytetään ainakin yhtä kaasua, jonka tässä keksinnössä esitetyn määritelmän mukainen liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi. Kaasua, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin

yksi, voidaan käyttää paineistettuna, mikäli tämä valitussa ruiskutusmenetelmässä on tarpeellista, tai tällaista kaasua voidaan käyttää yhden atmosfäärin paineessa alueella, jossa hajotetut pisarat muodostuvat ja sekoittuvat kaasuun. Edullinen tapa on käyttää kaasua, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin 35. Edullisin kaasu on hiilidioksidikaasu.

Vielä yksi tämän keksinnön mukainen sovellutusmuoto on vesipohjaisen koostumuksen sumutuskuivauksessa käytettävä menetelmä sumutuskuivatun vesipohjaisen polymeerikoostumuksen tiheyden lisäämiseksi käyttämällä kaasua, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi. Edullinen kaasu on hiilidioksidi. Joissakin käyttömuodoissa on haluttua saada käyttöön melko tiheä sumutuskuivauksella valmistettu jauhe. Esimerkiksi keraamisessa teollisuudessa on kuivapuristustoimenpiteessä tarpeen käyttää keraamista jauhetta kuivina rakeina, joihin on sekoitettu dispergointiaineita ja sideaineita. Tiheydeltään suurehkojen jauherakeiden juoksevuusominaisuudet ovat tiheydeltään pienempien rakeiden ominaisuuksia paremmat ja ne täyttävät kuivapuristusmuotit näitä paremmin. Tiheydeltään suurehkoja jauherakeita muodostuu käytettäessä pigmenttiä, dispergointiainetta ja polymeerisideainetta sisältävien vesipitoisten lasitusmassojen sumutuskuivauksessa hajottajana ja kantajakaasuna typen tilalla hiilidioksidia.

Seuraavien esimerkkien tarkoituksena on kuvata menetelmää mikrovaahdon määrän vähentämiseksi ruiskuttamalla levitettävässä vesipohjaisessa polymeerikoostumuksessa; ja niiden tarkoituksena on myös kuvata menetelmää sumutuskuivatun vesipohjaisen polymeerikoostumuksen tiheyden suurentamiseksi. Tämän keksinnön muut sovellutukset ovat selviä tämän alan tavallisen ammattikokemuksen perusteella.

Esimerkki 1

Mikrovaahdon vähentäminen kaasuavusteista imusyöttöruiskutuspistoolia käytettäessä

1 000 g erä styreeni/akryyliemulsiopolymeeria (Rhoplex™ CL-105), jonka kiintoainepitoisuus oli 36 painoprosenttia, säädettiin pH-arvoltaan arvoon 8,5 14-prosenttisella NH_4OH:lla ja tähän lisättiin seosta samalla pöytäsekoittimella sekoittaen liuos, joka sisälsi 46,8 g etyleeniglykolimonobutyylieetteriä, 54 g isopropyylialkoholia, 7,2 g etyleeniglykoli-2-etyyliheksyylieetteriä ja 276,6 g vettä, pohjalakkakoostumuksen valmistamiseksi. Vaahteralevy hiottiin hiekkapaperilla, jonka karkeus oli 220, ja levylle ruiskutettiin tätä pohjalakkakoostumusta siten, että sillä aikaansaadun märän kalvon paksuus oli 0,1 mm; päällyste kuivattiin ilmassa 45 minuuttia ja se hiottiin uudelleen hiekkapaperilla, jonka karkeus oli 220, pohjustetun vaahteralevyn aikaansaamiseksi. 300 g erä styreeni/akryylilateksia (Rhoplex™ CL-104), jossa oli 38,5 painoprosenttia kiintoaineita, säädettiin pH-arvoltaan arvoon 7,5 14-prosenttisella NH_4OH:lla ja tähän lisättiin seosta pöytäsekoittimella samalla sekoittaen liuos, joka sisälsi 17,3 g etyleeniglykolimonobutyylieetteriä, 11,5 g dietyleeniglykolimonobutyylieetteriä ja 32,1 g vettä. Tämä pintakerroskoostumus ruiskutettiin käyttäen tavanomaista imusyöttöistä ruiskutuspistoolia (DeVilbiss MBC) EX-suuttimella ja numeron 30 ilmapäällä varustettuna 340 kPa:n suuruisella kaasunpaineella. Kullekin edellä kuvatulle pohjalakatulle vaahteralevylle levitettiin kolme pintakerrosta käyttäen kunkin kerroksen välillä 30 minuutin kuivahtamisaikaa. Toinen levyistä ruiskutettiin paineilmaa käyttäen kun taas toinen levy ruiskutettiin käyttäen paineistettua CO_2:ta. Levyt ruiskutettiin samoissa lämpötila- ja kosteusolosuhteissa (30 °C/40 % RH) ja ne kuivattiin näissä olosuhteissa. Tämä suoritettiin liittämällä CO_2-sylinteri suoraan ruiskutuspistooliin samalla tavoin kuin paineilma.

Kuivatuista levyistä arvioitiin kuvan kiiltoterävyys (DOI), kiilto (20°/60°/85°), silmin nähtävä mikrovaahto ja mikrovaahdon määrä. Kiiltolukemat otettiin Byk Labotron -kiillonmäärityslaitteella. Kuvan kiiltoterävyyslukemat otettiin käyttäen Gardner DOI-mittaria (mallitunnus GB11-8GM), jossa käytetään Landolt Ring -kalvoa DOI:n kvantitointiin. DOI-lukemat otettiin sijoittamalla päällystetty kappale DOI-mittarin alle ja määrittämällä visuaalisesti pienimmät renkaat, jotka kyettiin selvästi erottamaan. DOI arvioitiin asteikolla, joka ulottui 100:sta (paras lukema) 0:aan (huonoin lukema). Levy oli sijoitettu suunnilleen 9 mm valolähteen alapuolelle. Mikrovaahdon määrä määritettiin laskemalla kuplien lukumäärä kalvolta 1 neliömillimetrin alueella käyttäen valomikroskooppia 70-kertaisella suurennoksella ja tulokset ilmoitettiin kuplien lukumääränä 1 neliömillimetrin alueella. Tulokset on esitetty tuonnempana taulukossa 1.1.

Taulukko 1.1 Kaasuavusteisesti ruiskuttamalla levitetyn kirkkaan päällysteen arviointi

Kaasu	DOI	Kiilto 85°/60°/20°	Mikrovaahdon määrä
Ilma	0	24/22/4	>200
CO_2	40	81/83/50	5

Hiilidioksidin, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi, käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä sai aikaan mikrovaahdon määrän huomattavan vähenemisen kuivatussa päällysteessä sekä päällysteen ulkonäköä kuvaavien muiden ominaisuuksien paranemisen.

Esimerkki 2

Mikrovaahdon vähentäminen kaasuavusteista imusyöttöistä ruiskutuspistoolia käyttäen

Valmistettiin pohjalakattu vaahtera-alusta ja pintakerroskoostumus menetellen samoin kuin esimerkissä 1. Pintakerroskoostumus ruiskutettiin käyttäen tavanomaista imusyöttöistä

ruiskutuspistoolia (DeVilbiss MBC), jossa oli EX-suutin ja nro 30 ilmapää, ja kaasunpaineena 340 kPa. Kullekin pohjalakatulle vaahteralevylle levitettiin kolme pintakerrosta käyttäen kunkin kerroksen välillä 30 minuutin kuivahtamisaikaa. Levyt ruiskutettiin samoissa lämpötila- ja kosteusolosuhteissa (30 °C/40 % RH) ja ne kuivattiin näissä olosuhteissa. Toinen levyistä ruiskutettiin käyttäen paineilmaa kun taas toinen levy ruiskutettiin käyttäen paineistettua N_2O:ta. Tämä suoritettiin liittämällä N_2O-sylinteri suoraan ruiskutuspistooliin samalla tavoin kuin paineilma.

Kuivatuista levyistä arvioitiin kuvan kiiltoterävyys (DOI), kiilto (20°/60°/85°) ja mikrovaahdon määrä käyttäen esimerkin 1 mukaisia menetelmiä. Tulokset on esitetty tuonnempana taulukossa 2.1.

Taulukko 2.1 Kaasuavusteisesti ruiskuttamalla levitetyt kirkkaat päällysteet

Kaasu	DOI	Kiilto 85°/60°/20°	Mikrovaahdon määrä
Ilma	0	40/30/6	>200
N_2O	50	93/86/61	30

Ilokaasun, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi, käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä sai aikaan mikrovaahdon määrän huomattavan vähenemisen kuivatussa päällysteessä ja päällysteen ulkonäköä kuvaavien muiden ominaisuuksien paranemisen.

Esimerkki 3

Mikrovaahdon vähentäminen "suurpaine"ruiskutuspistoolia käytettäessä

Valmistettiin vesipohjainen polymeerikoostumus. Seuraavat ainesosat dispergoitiin käyttäen Cowles-dispergointilaitetta suurella nopeudella.

165 g titaanidioksidia (Tioxide TR-92)
31,2 g dietyleeniglykolimonometyylieetteriä
6,95 g anionista pigmenttidispergointiainetta (Tamol 681; 35 % kiintoaineita)
0,8 g NH_4OH (28 %)
1,5 g anionista pinta-aktiivista ainetta (Triton CF-10)
0,5 g vaahdonestoainetta (Drew L-493)
15,7 g vettä

Seokseen lisättiin sitä samalla sekoittaen seuraavat ainesosat esitetyssä järjestyksessä.

519,9 g styreeni/akryyliemulsiopolymeeriä (koe-emulsio E-3054PMN, jonka kiintoainespitoisuus oli 50,6 %)
181,2 g vettä
4 g natriumnitriittiä (15 %, vesipitoinen liuos)
32,9 g Texanol-kalvonmuodostusainetta
7,6 g uretaanipohjaista reologiaa muuntavaa ainetta (QR-708; 10-prosenttinen vesipitoinen liuos)
5,2 g linolihappoa (tekninen laatu)
5,2 g kobolttikuiviketta (Aquacat; 5 % Co)
2,6 g mangaanikuiviketta (Magnacat; 5 % Mn)

pH säädettiin sitten arvoon 9,5 14-prosenttisella NH_4OH:lla ja tämä koostumus levitettiin Alodine-alumiinilevylle "suurpaineruiskutusta" käyttäen.

Suoritukseen käytettiin suhteessa 30 : 1 toimivaa Graco President -pumppua ja Binks Airless 1 -pistoolia. Nestepaine oli 16 000 kPa ja suuttimen aukon suuruus oli 0,48 mm, jolla saatiin 25 cm:n suihku. "Suurpaineruisku" perustuu päällysteen purkautumiseen koostumuksen hajottamiseksi pienestä aukosta suuressa paineessa, joka on tyypillisesti 10 000 - 21 000 kPa; suurpaineruiskupistoolin suuttimen kärjen luo johdettiin tässä esimerkissä ilmaa tai vaihtoehtoisesti CO_2-kaasua, jolla oli tarkoitus vaikuttaa levitetyssä koostumuksessa aluksi esiintyvien kaasukuplien kaasukoostumukseen;

vaahdon ajatellaan syntyvän ympäröivän kaasun joutuessa levitettyyn koostumukseen. Kaasunpaine oli suunnilleen 340 kPa. Alumiinilevylle levitettiin yksi päällystekalvo, jonka märkäpaksuus oli suunnilleen 0,3 mm ja päällystetty alumiinilevy kuivattiin 24 °C:ssa ja 25-prosenttisessa RH:ssa. Kuivatuista levyistä arvioitiin kuvan kiiltoterävyys (DOI), kiilto (20°/60°/85°) ja mikrovaahdon määrä. Käytetyt tutkimusmenetelmät olivat samat kuin mitä käytettiin esimerkissä 1. Tulokset on esitetty taulukossa 3.1.

Taulukko 3.1 Ympäröivän kaasukoostumuksen vaikutuksen arviointi suurpaineruiskulevitystä käyttäen

Kaasu	DOI	Kiilto 85°/60°/20°	Mikrovaahdon määrä
Ilma	0	77/75/36	80
CO_2	40	190/86/55	20

Hiilidioksidin, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi, käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä sai aikaan mikrovaahdon määrän huomattavan vähenemisen kuivatussa päällysteessä ja päällysteen ulkonäköä kuvaavien muiden ominaisuuksien paranemisen.

Esimerkki 4

Mikrovaahdon vähentäminen suuritilavuuksista matalapaine (HVLP) -ruiskutuspistoolia käyttäen

Pohjalakattu vaahteralevy valmistettiin esimerkin 1 mukaisella tavalla alustana käytettäväksi.

300 g erä styreeni/akryylilateksia (Rhoplex™ CL-104), jonka kiintoainepitoisuus oli 38,5 painoprosenttia, säädettiin pH-arvoltaan arvoon 7,5 14-prosenttisella NH_4OH:lla ja tähän lisättiin seosta samalla pöytäsekoittimella sekoittaen liuos, joka sisälsi 23,1 g etyleeniglykolimonobutyylieetteriä, 5,8 g dietyleeniglykolimonobutyylieetteriä ja 32,1 g vettä. Tämä vesipohjainen polymeerikoostumus ruisku-

tettiin käyttäen HVLP-ruiskutuspistoolia (Binks Mach 1) numeron 97 suuttimella ja numeron 95P-ilmapäällä varustettuna sekä 620 kPa:n kaasunpainetta.

Kullekin edellä kuvatulle pohjalakatulle vaahteralevylle levitettiin kolme päällystekalvoa käyttäen kunkin kerroksen välillä 30 minuutin kuivahtamisaikaa. Levyt ruiskutettiin samoissa lämpötila- ja kosteusolosuhteissa (24 °C/25 % RH) ja ne kuivattiin näissä olosuhteissa. Toinen levyistä ruiskutettiin käyttäen paineilmaa kun taas toinen levy ruiskutettiin käyttäen paineistettua CO_2:ta. Tämä suoritettiin liittämällä CO_2-sylinteri suoraan ruiskutuspistooliin samalla tavoin kuin paineilma.

Kuivatuista levyistä arvioitiin kuvan kiiltoterävyys (DOI), kiilto (20°/60°/85°) ja mikrovaahdon määrä. Tutkimusmenetelmät olivat esimerkin 1 mukaiset. Tulokset on esitetty tuonnempana taulukossa 4.1.

Taulukko 4.1 Kaasuavusteisella HVLP-ruiskutuksella levitetyt kirkkaat päällysteet

Kaasu	DOI	Kiilto 85°/60°/20°	Mikrovaahdon määrä
Ilma	0	39/31/6	160
CO_2	50	84/80/54	12

Hiilidioksidin, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi, käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä sai aikaan mikrovaahdon määrän huomattavan vähenemisen kuivatussa päällysteessä ja päällysteen ulkonäköä kuvaavien muiden ominaisuuksien paranemisen.

Esimerkki 5

Mikrovaahdon vähentäminen hajotusilma-avusteista suurpaine-ruiskupistoolia käytettäessä

Pohjalakattu vaahteralevy valmistettiin esimerkin 1 mukaisella tavalla alustana käytettäväksi.

300 g erä styreeni/akryylilateksia (Rhoplex™ CL-104), jonka kiintoainepitoisuus oli 38,5 painoprosenttia, säädettiin pH-arvoltaan arvoon 7,5 14-prosenttisella NH_4OH:lla ja tähän lisättiin seosta samalla pöytäsekoittimella sekoittaen liuos, joka sisälsi 23,1 g etyleeniglykolimonobutyylieetteriä, 5,8 g dietyleeniglykolimonobutyylieetteriä ja 32,1 g vettä. Tämä vesipohjainen polymeerikoostumus ruiskutettiin käyttäen hajotusilma-avusteista suurpaineruiskupistoolia (Kremlin MR), jossa oli numeron 09.133 suutin ja numeron BX3a ilmapää. Nesteen paineistamiseen käytettiin numeron 807-pumppua. Nestepaine oli 2 800 kPa ja kaasunpaine oli 310 kPa. Kullekin edellä kuvatulle pohjalakatulle vaahteralevylle levitettiin kolme päällystekalvoa käyttäen kunkin kerroksen välillä 30 minuutin kuivahtamisaikaa. Levyt ruiskutettiin samoissa lämpötila- ja kosteusolosuhteissa (24 °C/25 % RH) ja ne kuivattiin näissä olosuhteissa. Toinen levyistä ruiskutettiin käyttäen paineilmaa kun taas toinen levy ruiskutettiin käyttäen paineistettua CO_2:ta. Tämä suoritettiin liittämällä CO_2-sylinteri suoraan ruiskutuspistooliin samalla tavoin kuin paineilma.

Kuivatuista levyistä arvioitiin kuvan kiiltoterävyys (DOI), kiilto (20°/60°/85°) ja mikrovaahdon määrä. Tutkimusmenetelmät olivat esimerkin 1 mukaiset. Tulokset on esitetty tuonnempana taulukossa 5.1.

Taulukko 5.1 Kaasuavusteisella suurpaineruiskulla levitetyt kirkkaat päällysteet

Kaasu	DOI	Kiilto 85°/60°/20°	Mikrovaahdon määrä
Ilma	0	28/25/5	170
CO_2	10	47/42/11	30

Hiilidioksidin, jonka liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi, käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä sai aikaan mikrovaahdon määrän huomattavan vähenemisen kuivatussa päällysteessä ja päällysteen ulkonäköä kuvaavien muiden ominaisuuksien paranemisen.

Esimerkki 6

Sumutuskuivatun jauheen tiheyden suurentaminen

Valmistettiin keraaminen lasitusliete jauhattamalla kuulamyllyssä 240,0 g alumiinioksidijauhetta (Alcoa A-16SG), 150 ml tislattua vettä ja 2,88 g dispergointiaineen (Acumer 9500) 25-prosenttista vesipitoista liuosta nopeudella 85 kierrosta minuutissa 40 minuutin ajan "OO"-astiassa käyttäen 1 160 g jauhatusainetta. Seokseen lisättiin sitten 15,32 g 47-prosenttista vesipitoista akryyliemulsiopolymeeriä (Rhoplex B-60A) ja seosta jauhatettiin kuulamyllyssä vielä 20 minuuttia. Lasitusliete jaettiin kahteen yhtä suureen erään, joista toinen sumutuskuivattiin hiilidioksidia käyttäen ja toinen typpeä käyttäen.

Lasituslietteet sumutuskuivattiin Buchin 901-mallisella Mini Spray Drier -laitteella käyttäen syöttölämpötilana 130 °C ja ulostulolämpötilana 60 °C ja suuttimen paineena 413 kPa. Sumutuskuivaus toistettiin kolme kertaa käyttäen kolmea toisistaan riippumattomalla tavalla valmistettua lasituslietettä. Visuaalinen tarkastelu osoitti, että hiilidioksidia käyttäen muodostetut jauheet olivat vähemmän kokkareisia kuin typpeä käyttäen muodostetut jauheet.

Tiivistetyssä muodossa olevien partikkelien tiheyden määrittämiseksi lisättiin 5,00 g suuruinen erä jauhetta 10 ml:n vetoiseen ja halkaisijaltaan 1,27 cm olevaan asteikolliseen mittalasiin. Mittalasi suljettiin tulpalla ja mittalasia naputeltiin 2 000 kertaa käyttäen Stampvolumeter Stav 2003 -laitetta (J. Engelsmann A.-G., Ludwigshafen, Saksa). Tämän jälkeen tilavuus merkittiin muistiin ja laskettiin naputtelun aikaansaama tiheys. Keskimääräinen naputtelulla saatu tiheys hiilidioksidia käyttäen (tiheysmääritysten lukumäärän keskiarvo oli 9) oli 1,3 ± 0,2 g/cm^3; keskimääräinen naputtelulla aikaansaatu tiheys typpeä käyttäen (tiheysmääritysten lukumäärän keskiarvo oli 10) oli 0,91 ± 0,2 g/cm^3.

Sellaisen kaasun käyttö tämän keksinnön mukaisessa menetelmässä, jonka liukoisuuskerroin oli suurempi kuin noin yksi, sai aikaan sumutuskuivatun jauheen tiheyden suurenemisen.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä vesipohjaisen polymeerikoostumuksen levittämiseksi alustalle ruiskuttamalla, t u n n e t t u siitä, että ruiskutuslevitykseen käytetyn kaasun liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin yksi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu liukoisuuskerroin on suurempi kuin noin 35.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu kaasu on ilokaasu tai hiilidioksidi ja että se on edullisesti hiilidioksidi.

4. Minkä tahansa edellisistä patenttivaatimuksista mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittua kaasua käytetään hajottamaan mainittu koostumus ja/tai suspendoimaan se ja/tai kuljettamaan se mainitulle alustalle.

5. Minkä tahansa edellisistä patenttivaatimuksista mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ruiskutusmenetelmä on kaasuavusteinen ruiskutus, suurpaineruiskutus, kaasuavusteinen suurpaineruiskutus tai kaasuavusteinen suurinopeuksinen matalapaineruiskutus.

6. Minkä tahansa edellisistä patenttivaatimuksista mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että alusta on puu tai auton osa.

7. Menetelmä mikrovaahdon määrän vähentämiseksi ruiskuttamalla levitetyssä vesipohjaisessa polymeerikoostumuksessa, t u n n e t t u siitä, että siinä käytetään missä tahansa edellisessä patenttivaatimuksessa esitetyn kuvauksen mukaista ruiskutusmenetelmää.

8. Menetelmä sumutuskuivatun vesipohjaisen polymeerikoostumuksen tiheyden suurentamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää sen, että siinä käytetään missä tahansa edellisistä patenttivaatimuksista esitetyn kuvauksen mukaista ruiskutusmenetelmää.

9. Alusta, t u n n e t t u siitä, että sillä on millä tahansa patenttivaatimuksista 1 - 6 mukaisella menetelmällä levitetty vesipohjainen polymeerikoostumus.