

(19) H U

SZABADALMI LEÍRÁS

(11)

199526 B



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

(22) Bejelentés napja: 1983.07.28.

(21) 2667/83

(30) Bejelentés elsőbbsége:

A 2923/82 82.07.29. AT

A 1326/83 83.04.14. AT

(51) Int.Cl.

C 08 G 63/68

C 08 G 79/04

(41) (42) Közzététel napja: 1984.10.29.

(45) Megadás meghirdetésének dátuma
a Szabadalmi Közlönyben: 1990.02.28.

(72) Feltalálók:

dr. BEHMEL Lukas Klaus,
dr. ZÜCKERT Bertram, Graz (AT)

(73) Szabadalmaz:

Vianova Kunstharz AG., Werndorf (AT)

(54) ELJÁRÁS FOSZFORSAVCSOPORTOKAT TARTALMAZÓ POLIÉSZTERGYANTÁK, VAGY ALKIDGYANTÁK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány tárgya eljárás beégetőlakkok számára kötőanyagkomponensként szolgáló, foszforsavcsoportokat tartalmazó olyan poliésztergyanták vagy alkidgyanták előállítására, amelyek dikarbonsavakból, dikarbonsavanhidridekből, többértékű alkoholokból és adott esetben zsírsavakból állnak, továbbá adott esetben vinil-monomerekkel és/vagy metakril-monomerekkel végzett kopolimerizációval módosítottak, az alkalmazott foszforsav teljes megkötése mellett.

A poliészter reakcióelegyet vagy alkidgyanta reakcióelegyet, amelyben a poliszahányad a késztermék 1 kg-jára vonatkoz-

tatva legalább 0,1, előnyösen 0,2—1,5 mól foszfort tartalmaz polifoszforsav alakjában, egy vagy több, az alkalmazott nyersanyagokkal szemben inert, 110 és 220°C közötti forrásponttartományú hígítószerezrel készített, 40—80 tömegszázalék szilárdanyag-tartalmú oldatban, a foszforsav gyakorlatilag teljes megkötéséig és 3,0—25 ml/g (DMF, 20°C) határviszkozitás eléréséig észterezik 150—200°C-on a reakcióvíz azeotróp elkülönítése mellett és adott esetben a poliésztergyanta vagy alkidgyanta szabad foszforsavcsoportjait aminosokkal, előnyösen alkanol-aminokkal végzett sóképzéssel blokkolják.

H U 199526 B

A leírás terjedelme: 14 oldal, rajz nélkül

A találmány tárgya eljárás beégetőlakkok kötőanyagkomponenseként szolgáló, foszforsavcsoportokat tartalmazó poliésztergyanták vagy alkidgyanták előállítására.

Számos irodalmi adatból alapvetően ismert a foszforsavcsoportok lakk-kötőanyagokra kifejtett hatása. Így egyrészt ismert, hogy a csoportok és a szubsztrátum, különösen fémek, de e csoportok és a pigmentek és töltőanyagok között is kifejezett kölcsönhatás jön létre, ami a lakkbevonatoknak különösen tapadóképeségét és tartósságát jelentősen javítja. A foszforsavcsoportok másrészt savkatalizált térhálósodási mechanizmusok esetében előnyös térhálósító katalizátorok.

E tulajdonságoknak különös jelentősége van a lakkokkal szemben támasztott korszerű követelmények — mint lehetőleg kis mennyiségű egészségre káros anyag (mint króm-tartalmú rozsdagátló pigmentek) — tartalom és kisebb térhálósítási energia-igény — szempontjából.

Az említett hatások részben közvetlenül a savas foszforsavcsoportoknak, részben a megfelelő foszfátanionoknak tulajdoníthatók. Ebben az értelemben jelen leírásunkban „foszforsavcsoportok” alatt mind a savas vegyületeket, mind szerves vagy szervetlen bázisokkal képzett sókat értjük. Nem tartoznak e kifejezésbe azonban a foszforsavcsoportok nem ionos származékai, mint pl. észterei.

A lakkok korróziógátló hatásának vagy keményedési jellemzőinek kérdése a gyakorlatban nem kezelhető egy sor egyéb lakktechnikai tulajdonságoktól — mint tárolhatóságtól, felhordhatóságtól vagy az egyértelműen fényesen pigmentált lakkbevonatok előállításának lehetőségétől — elkülönítve. Ugyanígy az elért javulásokat a változó gyakorlati körülmények között kell megállapítani tudni, ami szintén azt feltételezi, hogy a foszforsavcsoport-koncentráció kötőanyagtípustól függően bizonyos minimális értéket meghalad. A 356 782 sz. osztrák szabadalmi leírás szerint pl. ahhoz, hogy kezeletlen vaslemezen jó vízállóságot érjünk el, tipikus „high-solid” kötőanyagok esetében kb. 0,3 mol/kg. nagyságrendű értékre van szükség.

Ha foszforsavakat vagy kismolekulájú származékaikat pigmentált lakkokhoz adjuk, akkor már 0,3 mol/kg foszforsavcsoport alatti koncentrációban ez egy sor súlyosbító zavarhoz vezet, mint pl. fény elvesztés vagy a kikeményített filmek deformálhatóságának rosszabbodása. Ezért a foszforsavakat (vagy származékaikat) a gyakorlatban csak „wash-primer”-ek recepturálásánál, kis rétegvastagságban alkalmazott, matt, korróziógátló és tapadást javító bevonatok készítésénél alkalmazzák.

A foszforsavcsoportok lakk-kötőanyagokba vagy kombinációkba történő beépítését sok helyen leírják az irodalomban, pl. a 22 04 844 sz. német szövetségi köztársaságbeli nyilvánossághozatali iratban, a 13 77 854

sz. nagy-britanniai, valamint 34 15 766 és 35 74 566 sz. észak-amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban. Az ezekben alkalmazott eljárások azonban nem felelnek meg a mi találmányi célkitűzéseinknek, különösen nem abban a tekintetben, hogy olyan kötőanyag előállításának lehetőségét teremtsük meg, amely nagy foszforsavcsoport-tartalom mellett hibamentes és megfelelően pigmentálható nagyfényű lakkbevonatokat ad.

A 41 78 319, 41 78 320, 41 78 323 és 41 78 324 sz. észak-amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban oligomer savas foszforsavésztereket epoxicsoportokat tartalmazó polimerekkel 1:1 savcsoport:epoxicsoport mólarányban kombinálnak. A két csoport között végbemenő reakcióval elkerülhetők ugyan a bevonat-hibák, de ezáltal a szabad foszforsavcsoport — tartalom döntő módon lecsökken. Ezek a kombinációk ezért nem oldják meg a kitűzött feladatot.

A 356 782 sz. osztrák szabadalmi leírás szerint a nevezett hibák úgy kerülhetők el, hogy a foszforsavat egy speciális eljárással építik be a kötőanyagba. Ez eljárásnak lényegében az a célja, hogy szabad foszforsav-tartalmat vagy a kémiaiilag nem kötött kis molekulatömegű foszforsav-származék-tartalmat nagy mértékben csökkentse. Ezen irodalmi adat szerint savas foszforsav-származékokat amino-aldehid kondenzációs termékekkel reagáltatnak, és a nyert kondenzátumot hidroxilcsoportokat hordozó komponensekkel keverik és részben reagáltatják. Az eljárás segítségével olyan egy komponensű, hőre keményedő lakkok kötőanyaga állítható elő, melyek hibamentes, megfelelő pigmentálás mellett nagy fényű, jó korrózióvédelmet biztosító lakkbevonatokat szolgáltatnak. Az eljárás különösen nagy szilárdanyag-tartalmú lakkokhoz szükséges kötőanyagok szintézisére alkalmas.

Nagyobb molekulatömegű kötőanyagok előállításánál a 356 782 sz. osztrák szabadalmi leírás szerint a reakciópartnerek között gyakran összeférhetőségi problémák merülnek fel, különösen akkor, ha a hidroxil-komponensnek nagyobb a molekulatömege. Ezáltal egy sor fontos alkalmazási területen, például stancolható, igen nagy mértékben deformálható és sterilizálást tűrő lakkozásoknál, például alumíniumtubusok lakkozásánál vagy olyan lakkok receptúráinak készítésénél, melyek csak az oldószer leadása által száradnak, erősen korlátozódik a kémiaiilag kötött foszforsavcsoportokat tartalmazó, javított tulajdonságú kötőanyagok szintézisének lehetősége.

Nagyobb molekulatömegű poliésztergyanták előállításának lehetőségét írja le a 17 45 791 sz. német szövetségi köztársaságbeli nyilvánossághozatali irat. Itt úgy járnak el, hogy az észterezési reakciót híg oldatban és adott esetben nyomás alatt végzik, miáltal lehetőség nyílik arra, hogy a reakciót az elméleti gélekedési ponton túl tovább folytassák

anélkül, hogy használhatatlan termékek képződjenek.

Meglepetésszerűen azt találtuk, hogy ilyen eljárási módszerrel, vagyis a poliészterezés híg oldatban történő végrehajtásával sikerül foszforsavcsoportokat kvantitatívan beépíteni a poliészter gyantába. Ily módon lehetőség van arra, hogy nagyobb foszforsavcsoport-tartalmú lakk-kötőanyagokat állítsunk elő, melyek alkalmasak hibamentes, és megfelelő pigmentálással nagy fényű, nagy korrózió-ellenállású lakkbevonatok készítésére, amelyek ezen túlmenően kitűnő mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek.

A jelen találmány tárgya eljárás beegzőlakkok számára kötőanyagkomponensként szolgáló, foszforsavcsoportokat tartalmazó, dikarbonsavakból, dikarbonsavanhidridekből, többértékű alkoholokból és adott esetben zsírsavakból álló poliésztergyanták vagy alkidgyanták — melyek adott esetben vinil-monomerekkel és/vagy metakril-monomerekkel végzett kopolimerizációval módosítottak — előállítására — az alkalmazott foszforsav teljes megkötése mellett; a találmány szerinti eljárást az jellemzi, hogy egy olyan poliészter reakcióelegyet vagy alkidgyanta reakcióelegyet, amelyben a polisav-hányad a késztermék 1 kg-jára vonatkoztatva legalább 0,1, előnyösen 0,2—1,5 mól foszfort tartalmaz polifoszforsav-alakjában, egy vagy több, az alkalmazott nyersanyagokkal szemben inert, 110°C és 220°C közötti forráspont-tartományú hígítószerrel készített, 40—80 tömeg% szilárdanyag-tartalmú oldatban a foszforsav gyakorlatilag teljes megkötéséig és 3,0—25,0 ml/g (DMF, 20°C) határvízkozítás eléréséig észterezünk 150—200°C-on a reakcióvíz azeotróp elkülönítése mellett, és adott esetben a poliésztergyanta vagy alkidgyanta szabad foszforsavcsoportjait aminosavakkal, előnyösen alkanol-aminokkal végzett sóképzéssel blokkoljuk.

Azt találtuk továbbá, hogy a fentiekben megadott intervallumon belül meghatározott alkalmazási célokra meghatározott foszforsav-tartalmú és meghatározott határvízkozítás-tartományú poliésztergyanták használhatók előnyösen.

Igy például normál szórólakkok esetében az előnyös foszfor-tartalom 0,2—0,8 mól/kg késztermék, az előnyös határvízkozítás-tartomány pedig 3,0—5,0 mg/g (DMF, 20°C).

Sterilizálással szemben ellenálló, flexibilis szóró- vagy hengerlakkok (pl. tubuslakkok) esetében az előnyös foszfor-tartalom 0,3—1,5 mól/kg késztermék, az előnyös határvízkozítás pedig legalább 6,0, előnyösen 8,0—25,0 ml/g (DMF, 20°C).

„Poliészterek” alatt mind a szűkebb értelemben vett poliésztereket, mind módosított termékeket, így olyan alkidgyantákat vagy poliésztereket is értünk, melyek komponensként etilésen telítetlen vegyületeket, poliétereket vagy metáncsoportokat tartalmaznak.

Az e termékek előállítására felhasználható alapanyagok szakember számára ismertek, azokat számos szakkönyv írja le, így például K. Winacker és L. Küchler „Chemische Technologie” (C. Hanser Kiad., München, 1972) vagy Ullmann: „Encyclopädie der Technischen Chemie, 4. kiad., 15. köt. (Verlag Chemie GmbH, Weinheim 1978) c. művei.

A foszforsavcsoportok bevezetésére előnyösen $H_{n+2}P_nO_{3n+1}$ általános képletű, molekulánként 3 vagy több foszforatomot és P-o-P kötésekkel tartalmazó polifoszforsavak szolgálnak. Ezek a savak általában az iparilag gyártott 80—90%-os P_4O_{10} -tartalmú elegyek alakjában állnak rendelkezésre. A kereskedelmi forgalomba ezek a foszforsavak 2 változatban, nevezetesen 76 t% és 84 t% P_2O_5 -tartalommal kerülnek. Felhasználhatók ezek mellett azok a kereskedelmi forgalomban szokásos mono- és diészterek is, melyeket (84 t% P_2O_5 -tartalmú) foszforsavak egy- vagy többértékű alkoholokkal végzett reakciója útján nyernek. Ezek az észterkeverékek általában szabad foszforsavakat tartalmaznak.

Az alapkeverékek formulázása ugyanazon általános elvek szerint történik, mint a szakember számára foszforsav-mentes poliészterek előállítására ismert, és például H.G. Elias: „Makromoleküle” (Hüthig és Wepf, Basel-Heidelberg, 1971) c. munkájában leírt alapkeverékeké. A találmány szerinti eljárásnak megfelelő alapkeverékek formálásánál abból a feltevésből indulhatunk ki, hogy a használt foszforsavban lévő foszfor minden mólja valamely dikarbonsav 1 mólját helyettesíti, és emellett 1 mól foszforonként mindig 1 mól további savcsoport lép fel.

Iners hígítószerként olyan termékeket használunk, melyek a találmány szerinti eljárás körülményei között nem lépnek kémiai reakcióba. Előnyösek az olyan hígítószerke- melyek vízzel nem — vagy csak kis mértékben — elegyednek, mint például toluol, xilol vagy magasabb homológjaiak, melyek a poliészter előállításnál képződött víz eltávolítását körfolyamat alkalmazásával megkönnyíti vagy olyan hígítószerke- melyek forráspontja jóval a poliészter gyanták előállításához szükséges, minimálisan 150—200°C-os hőmérséklet felett van. Az említett aromás oldószerek mellett a kereskedelmi forgalomban szokásos aromás vagy alifás, 130—220°C közötti forrástartományú szénhidrogén oldószerek vagy azok elegyei is használhatók. Egyéb iners hígítószerke- például a ketonok vagy klórozott szénhidrogének. A hígítószerke- nek a reakcióeleggyel — legalábbis a reakcióeleggyel — legalábbis a reakcióhőmérsékleten és a reakció befejezésének vége felé — homogén elegyet kell képezniük. Nem követelmény azonban az, hogy a poliésztergyanták a hígítószerben szobahőmérsékleten teljesen, vagy akár részben oldódjanak.

A találmány szerinti eljárás a szokásos univerzális műgyantafőző berendezésekben

(lásd pl. K. Winacker és L. Küchler: „Chemische Technologie”, C. Hanser Kiad., München 1972) vitelezhető ki. A foszforsavcsoportok kifejezett katalitikus hatása következtében aránylag alacsony forráspontú hígítószerke, mint xilol alkalmazása esetén, és ezért aránylag alacsony reakcióhőmérsékletek mellett is olyan reakcióidőket érünk el, melyek a nem módosított poliészterek előállításánál szokásosak. Ezért olyan speciális berendezésekre, melyek a hígítószer nem tartalmazó sarzsok esetében szokásos reakcióidőt magasabb hőmérséklet és megnövelt nyomás alkalmazása következtében csökkenteni képesek, (mint a 17 45 791 sz. német szövetségi köztársaságbeli nyilvánossághozatali iratban leírt berendezés) a találmány szerinti eljárás kivitelezéséhez nincs szükség.

A használt hígítószer az előállítási eljárás elején, de valamely alkalmas későbbi időpontban — például azután, hogy a használt alapanyagok már átlátszó olvadékok képeznek — is a reakcióelegyhez adhatjuk. Lehetséges szakaszos hozzáadás is, amikor is az eljárás első szakaszában magasabb reakcióhőmérsékletet tartunk, így a reakcióidő lerövidül.

A találmány szerinti eljárásban használt hígítószer mennyiségét úgy szabjuk meg, hogy a reakció alatt a szilárdanyag tartalom 40 és 80 t% között legyen. A találmány szerinti eljárásra jellemző előnyök biztosításához mindezekelőtt a reakció végső szakaszában az szükséges, hogy a reakcióelegyet olyan mértékben hígítsuk, hogy a foszforsavvegyület gyakorlatilag teljes beépülését gél-képződés nélkül érjük el. A reakcióelegynek természetesen minden hőmérsékleten megfelelően kis viszkozitásúnak kell lennie. Továbbá szilárdanyag-tartalom csökkentésre van szükség, ha szűk molekulatömegeloszlást kívánunk elérni.

A reakció előmenetele a határ viszkozítással $[\eta]$ ill. savszámmal követhető. A dimetilformamidban mért határviszkozítás előnye 3 és 25 ml/g közötti tartományban van, a termékek savszáma 10 és 80 mg KOH/g között lehet.

A savas foszforsavésztercsoportok poliészterbe történő beépülése a reakció folyamán a kis molekulatömegű savas foszforsavészter vagy szabad foszforsav tulajdonságaival is ellenőrizhető, mert a foszforsavészterek vagy a foszforsav titándioxiddal pigmentált poliészter-aminoplaszt kombinációkban már kis koncentrációban a bevonat fényhibásan jelentkeznek. Különböző kondenzáció-fokú minták vizsgálata útján ily módon gyakorlati módon ellenőrizhető a foszforsavészter-beépülés.

A reakció befejezése után a reakcióelegyhez adott esetben további oldószermennyiség adható. Ezeknek az oldószereknek nem kell a hígítószerekkel kapcsolatosan a fentiek-

ben említett követelményeknek megfelelniük. Aktív hidrogénatomokat vagy észtercsoportokat tartalmazó oldószerek hozzáadása esetén szobahőmérsékleten is előfordulhat, hogy szabad foszforsavcsoportok katalitikus hatására a poliészter lánc elhasad és így a molekulatömeg csökken.

Ha ez a hatás nem kívánatos, akkor a szabad foszforsavcsoportokat az aktív oldószerek hozzáadása előtt legalább részben, erre alkalmas aminokkal só alakúakká kell átalakítani. Ez amino formaldehid gyantás kombinációknál a tárolhatóság javítása területén is hasznos lehet. A blokkolószer minőségét és mennyiségét ilyen esetben a szakember számára ismert módon, a kívánt reakcióképességnek és tárolhatóságnak megfelelően kell megállapítani. E tekintetben különösen említésre méltó, hogy a találmány szerinti eljárással előállított aminoplasztokkal kombinált kötőanyagok reaktivitása kevéssé illékony aminok, mint dietanolamin vagy 2-amino-2-etil-1,3-propándiol hozzáadása esetén is csak kis mértékben csökken.

A találmány szerinti eljárással előállított kötőanyag-oldatokat, mint a szokásos poliésztergyantákat adott esetben további gyanta-komponensekkel, mint pl. aminoplasztokkal, ill. pigmentekkel, töltőanyagokkal, adalékanyagokkal és oldószerekkel dolgozzuk fel lakkokká. Az analóg felépítésű, foszforsavcsoport mentes termékekkel készült lakkbevonatokkal összehasonlítva a vízállóság és a korrózióvédőhatás jelentősen javul. Aminogyantákkal kombinálva még teljesen éterezett típusok esetén is alacsony keményítési hőmérsékletek alkalmazhatók.

A poliészter foszfortartalom ill. határviszkozítás — tartomány megfelelő megválasztásával egyrészt olyan lakkrecepturák állíthatók össze, amelyek különösen szórásos felhordásra alkalmasak. Az ilyen lakkok már kb. 100°C beégetési hőmérséklet mellett is az említett előnyös filmtulajdonságokat mutatják. Ez különösen érvényes 0,2—0,8 mól foszforsav/kg poliészter foszfor-tartalmú és 0,2—0,8 ml/g (DMF, 20°C) határviszkozítású lakkokra, amelyek a foszfort eljárásunk szerint polifoszforsav és/vagy egy vagy többértékű alkoholok savanyú foszforészterei alakjában tartalmazzák. A találmány szerinti eljárás másrészt különösen alkalmas olyan, nagyobb molekulatömegű termékek előállítására, amelyek nagy mértékben deformálható lakk-bevonatokhoz szükségesek. Megfelelően felépített 0,3—1,5 mól foszfor/kg poliészter foszfortartalmú és 6 ml/g (DMF, 20°C)-nál nagyobb határviszkozítású termékek lehetővé teszik, hogy stancoló lakkok megkívánt tulajdonságait, mint a mélyhúzóhatóságot és sterilizálással szembeni ellenállást már 120—140°C-os keményítési (térhálósítási) hőfokkal ill. a szokásos hőmérsékleten igen rövid keményedési idővel elérjük, és alumíniumtubusok lakkozásához ki-váló „hidegállóságú” (vagyis alacsony hő-

mérsékleten, gyors deformáció mellett jól tapadó és deformálható) lakkok receptúráit készítsük el. Különösen előnyös, hogy a találmány szerinti eljárással előállított kötőanyagok molekulatömege jóval kisebb lehet, mint foszforsavcsoportokkal nem módosított termékeké, mint amilyeneket a 00 25 089 és 00 25 478 sz. európai szabadalmi leírások, a 25 21 791 és 25 21 792 sz. német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírások, és a 18 08 776, 21 26 048 és 22 11 059 sz. német szövetségi köztársaságbeli közzétételi iratok írnak le. Ezáltal a kötőanyag-oldatok kezelése és a lakkok előállítása könnyebbé válik és az alkalmazás során a szilárdanyag-tartalom jelentősen növelhető.

A találmány szerinti eljárással előállított nagyobb molekulatömegű kötőanyagok megfelelő összetétel esetén az oldószer leadása után szobahőmérsékleten is kemény, flexibilis filmeket adnak. Aminogyantákkal képzett kombinációknál még egy további kémiai térhálósítás is elérhető. A szokásos savra keményedő lakkokkal ellentétben azonban itt az aminogyanta csak kis mennyiségben használható fel, miáltal elkerülhető a lakkbevonat ridegedése az öregedés folyamán. Az így nyert bevonatoknak jó a vízállósága és korróziógátló tulajdonsága.

Az alábbi példák a találmányt szemléltetik anélkül, hogy annak oltalmi körét korlátoznák. A „rész” és százalék adatok alatt tömegrész, ill. tömeg% értendő, hacsak azt másként nem jelezzük. A határviszkozitás mérése minden esetben dimetil-formamidban (DMF, 20°C) történt.

A példákban megadott vizsgálatok kivitelezése
Ingaműves keménység („Pendelhärte”; KÖNIG, DIn 54 157)

Fényesség: Mérőműszer GR-COMP (Vianova) gonioreflektometer

$$\beta = -\log \frac{I_s}{I_r}$$

I_s = a szórt fény intenzitása 22,4°

I_r = a visszavert fény intenzitása 20°-on üveg-standard ($n = 1,567$); megvilágító blende = mérő-blende = 0,6°.

2,3-nál nagyobb mérési értékeket, fehér lakkoknál, „nagy fényű”-nek minősítünk.

Mélyítés: ERICHSEN-szerint (DIN 53156)

Ütési szilárdság: GARDNER szerint

Mérési eredmények Joule-ban

(Az ütést a lakkozott oldalon mértük. Amennyiben két adat szerepel a táblázatban, úgy a lemeznek a hátoldaláról is elvégeztük az ütési vizsgálatot).

Kötési teszt A: 45° alatt hajló lakkozott felületre 38 mm átmérőjű csőben 5 m magasról 1000 g-os (HM 6—2980.100 típusú) csavar-

anyát ejtünk. A meglazult lakkrészek eltávolítása után meghatározzuk a tömegvesztést. Ha ez kevesebb, mint 20 mg, akkor a minősítés „igen jó”.

5 Kötési teszt B: A lakkozott felületre 45° szög alatt 20 cm távolságról (sűrített levegő nyomás: 2 bar) kétszer, egyenként 500 g-os éles-sarkú acél sörétet (4—5 mm) lövünk. Meghatározzuk a 100 cm² lött felületre eső tömegvesztést. 25 mg tömegvesztés alatti értékeknél a minősítés „igen jó”.

10 Tüske hajlítási teszt kónikus tüske, legkisebb rádiusz 6 mm.

15 Hidegállóság: A lakkozott lemezt —20°C-on végzett 1 órás hűtés után ütősszerűen behorpasztjuk, majd szobahőmérsékletre végzett melegítés után újra kiegyengetjük.

Minősítés: 1 a lakkozás sértetlen

5 a lakkozás nagy mértékben levált.

20 Mélyhúzóhatóság: A 225 Modell-típusú ERICHSEN lakkvizsgáló berendezéssel gömbcsészét állítunk elő.

Minősítés: 1 nincs repedés-képződés

5 erős leválás.

25 Sterilizálással szembeni ellenállás: A gömbcsészét 1 órán át 1,4 bar túlnyomással (121°C) sterilizáljuk.

Minősítés: 1 a lakkbevonat változatlan
2 erős leválás és/vagy fényvesztés.

30 (I) Szórólakkok formulázására szolgáló poliészter gyanták

($[\eta] = 3-5$ ml/g, $P = 0,2-0,8$ mól/kg gyantata)

35 1—4. Példák

Univerzális műgyantafőző berendezésben (lásd: K. Wilmacker, L. Kuchler: „Chemische Technologie”, C. Hanser Kiad., München, 1972. 5. köt. 402. old.) az 1. táblázatban felsorolt polioloikat és karbonsavakat 120—140°C-ra melegítjük, és megolvadás után hozzáadjuk a foszforvegyületeket. 30 perccel azután, hogy átlátszó olvadék képződött, a reakcióelegyet a megadott hígítószerrel 60 t% szilárdanyag-tartalomra hígítjuk. Ezután a reakciót azeotróp eljárással a megadott végső jellemzők eléréséig folytatjuk. Az 1. táblázatban szereplő rövidítések jelentése a következő:

50 PSA ftálsavanhidrid
THPSA tetrahidroftálsavanhidrid
AS adipinsav
NPG neopentil-glikol
55 CON 50 technikai linolsav (kb. 50% konjugált olajsav)
TMP trimetilol-propán
PP84 polifoszforsav (84% P₂O₅)
AKW 2 aromás szénhidrogén
(forrási tartomány 162—176°C, kauri-butanol-érték kb. 90)
60 DIBUK diizobutylketon

1. Táblázat

Adag alapkeverék tömeg (rész)	Foszforsav (mól/kg)	Hígítószer (t, % szilárd anyag)	Végső jellemzők (η l/savszám)
1. 73 THPSA 10 AS 75 NPG 11 TMP 4,5 PP 84	0,33	AKW 2 60%	3,75/31,0
2. 73 THPSA 10 AS 75 NPG 11 TMP 4,5 PP 84	0,33	DIBUK 60%	4,2/29,5
3. 75 THPSA 20 CON 50 67 NPG 21 TMP 9 PP 84	0,59	AKW 2 60%	3,8/41,3
4. 71 PSA 30 AS 80 NPG 11 TMP 4,5 PP 84	0,30	AKW 2 60%	4,7/26,9

Az 1—4. példák szerint előállított kötőanyagok felhasználásával készült lakkok lakktechnikai vizsgálata

1) Gyöngymalom felhasználásával ismert módon a következő összetételű lakkot állítjuk elő:

- 100 rész titán-dioxid (Rutil)
85 rész 1. példa szerinti kötőanyag (szilárd gyantában számolva)
15 rész hexametoxi-metil-melamin (HMMM)
0,5 rész szilikonalapú kereskedelmi lakkaditív. (pl. Additol XL 204, Vianova Kunstharz AG)

40 A lakk viszkozitását monoetilénglikol monoetiléteracetát/butilacetát 1:1 arányú eleggyel a DIN 53 211/20°C szerint 20 másodpercre állítjuk be (beégetési maradék 25 perc/130°C-nál kb. 67%), majd levegő működtetésű szórópisztollyal zsírtalanított acéllemezre 35—40 μ m vastag száraz filmréteget hordunk fel.

45 A 2. táblázatban a megadott hőmérsékleten minden esetben 25 percig keményített filmek tulajdonságait tüntetjük fel. A kapott filmek minden esetben nagy fényűek voltak.

2. Táblázat

Keményítési hőmérséklet	Ingás kemény- ség (s)	Fényesség (β)	Mélyítés (mm)	Ütési szilárdság (Joule)
110°C	166	2,98	7,1	10-7,9
150°C	160	2,73	7,1	7,9-6,8
170°C	163	2,41	6,6	6,8-3,3

11

A 2. példában leírtak analóg módon megvizsgáltuk a kötőanyagot, mimellett a hibahatárokon belül ugyanazon vizsgálati eredményeket kaptuk.

2) Megvizsgáltuk egy következő összetételű töltőanyag-receptúrát:

50 rész	titán-dioxid (Rutil)
50 rész	Blanc fix (bárium-szulfid)
1,5 rész	nagy diszperzításfokú kovasav
0,3 rész	színező korom
85 rész	2. példa szerinti kötőanyag (szilárd gyantában számolva)

12

15 rész HMMM

0,5 rész szilikonbázisú kereskedelmi lakkadduktív. (pl. Additol XL 204, Vianova Kunstharz AG).

5 A beégetési maradék 21 másodperces viszkozitásnál (DIN 53 211, 20°C) kb. 63%. A lakkozt szórással 35–40 µm szárazfilm-vastagságban vittük fel. A különböző beégetési hőmérsékleteken (beégetési idő 25 perc) elért eredményeket a III. táblázatban foglaljuk össze:

III. TÁBLÁZAT

Keményítési hőmérséklet	Ingás keménység (s)	Mélyítés (mm)	Ütési szilárdság (felület) (Joule)	Kőütési teszt A (tömegvesztesség)
90°C	68	8,6	5,65	7 mg
110°C	94	7,0	3,39	19 mg
150°C	91	5,8	2,26	15 mg

Az ingaműves keménység, mélyítés és hűtési szilárdság meghatározásnál hordozóként zsírtalanított acéllemezt használtunk. A kőütéssel szembeni szilárdsági vizsgálatot katódosan leválasztható, elektro-mártólakkozással alapozással, a találmány szerinti kötőanyagból készült töltőanyaggal, a kereskedelemben szokásos idegen anyaggal térhálósított akrilát kötőanyag-bázisú töltőanyaggal készült bevonaton végeztük.

3) A 4. példa szerinti kötőanyaggal különböző lakk-receptúrákat állítottunk össze, és pedig:

- 1 lakk: nagyfényű piros fedőlakk,
2 lakk: nagyfényű fehér fedőlakk,
3 lakk: autólakk töltőanyag.

A lakkok összetételét a vizsgálati eredményeit a 4. és 5. táblázatban foglaljuk össze.

4. Táblázat

Lakk	1	2	3
Kötőanyag (szilárd gyanta)	85	80	85
HMMM	15	--	15
izobutanollal éte- rezett közepes reak- cióképességű melamin- gyanta (szilárd gyanta)	--	20	--
Titán-dioxid	--	100	50
BaSO ₄ (kicsapott).	--	--	50
Nagy diszperzítá- sfokú kovasav	--	--	1,5
Színező korom	--	--	0,3
Molibdat piros	42	--	--
Chinakridon piros	4	--	--
Dietanolamin	0,5	--	--
Lakk-additív (szili- kon bázisú) (Additol XL 204)	0,5	0,5	0,5
Hígítás	EGLAC- BUAC 1:1		
beégetési maradék (30/120 °C) %	57	63	65
Viszkozitás (DIN 53211) (Sec)	21	23	23
Száraz film (µm)	35-40	35-40	35-40

5. Táblázat

Lakk	1 ⁽¹⁾			2 ⁽¹⁾			3 ⁽¹⁾	
Beegetési hőmérséklet, C° (25 perc)	110	130	150	110	130	90	110	150
Ingas keménység (sec)	122	175	171	130	154	122	158	145
Fényfátyol (k)	2,61	2,49	2,25	2,73	2,44	-	-	-
Mélyítés	9,8	9,08	8,6	7,4	5,6	9,4	8,0	6,7
Ütési szilárdság (Joule)	10	10/3,4	7,9/3,4	10/7,9	10/5,65	6,78	5,65	3,39
Köütéssel szembeni szilárdság (mg tömeg veszteség)						15 ⁽²⁾ 23 ⁽³⁾	10 ⁽²⁾ 18 ⁽³⁾	11 ⁽²⁾ 16 ⁽³⁾
tüske hajlítási teszt (6 mm)						nincs károsodás		

(1) hordozó: zsírtalanított acéllemez

(2) a teljesen felépített bevonaton vizsgálva, mint az előzőekben az A köütési tesztrel kapcsolatban megadtuk.

(3) K-ETL alapozással és fedőlakk-réteggel, a 4. táblázat 2 receptúrája szerint felépített bevonaton a B köütési teszt szerint vizsgálva.

(11) Poliesztergyanták sterilizálással szemben ellenálló, nagy flexibilitású beégetőlakkokhoz [η] = 6 ml/g felett: P = 0,3 - 1,5 mól/kg gyanta).

5. példa

Az 1. példában leírttal azonos készülékben 62 trész izoftálsavat, 20 trész 1,6-hexándiol, 18 trész trimetilol-propán és 12 trész kereskedelmi polifoszforsavat (P_2O_5 -tartalom 84 t%) 200°C-ra melegítünk. A gőzök hőmérséklete a hűtő előtt nem haladhatja meg a 110°C-ot. 30 perccel azután, hogy átlátszó olvadék képződött, a reakcióelegyet aromásokban dús szénhidrogén-oldószerkeleggyel (forrási tartomány 162—176°C, ASTM D-1133 szerinti kauri-butanolérték kb. 90) 60 t% szilárdanyag-tartalomra hígítjuk.

Ezután a reakciót kb. 170°C-on azeotróp eljárással 58 mg KOH/g savszám és [η] = 12 ml/g határviszkozitás eléréséig tovább folytatjuk. 110°C-ra történő lehűtés után 9 trész dimetiletanolamint adunk hozzá — és az elegyet monoetilenglikol monobutiléterrel 55 t% szárazanyag-tartalomra hígítjuk. A termék 0,92 mól/kg foszforsavat tartalmaz.

6—14. példák

A 6. táblázatban megadottaknak megfelelően az 5. példában leírttal azonos módon foszforsavval módosított poliésztereket állítunk elő. A példákban és a lakk-vizsgálatok

leírásában a következő rövidítéseket használjuk:

PSA	= ftálsavanhidrid
30 THPSA	= tetrahidroftálsavanhidrid
IPS	= izoftálsav
AS	= adipinsav
NPG	= neopentil-glikol
HXD	= 1,6-hexándiol
35 TMP	= trimetilol-propán
HPN	= hidroxipivalinsav-neopentil-glikol-észter
PP 84	= polifoszforsav (84% P_2O_5)
40 AKW	= aromás szénhidrogén (forráspont-tartomány: 186—205°C, kauri butanolérték: 92,5)
AKW 2	= aromás szénhidrogén (forráspont-tartomány: 162—176°C) kauri butanolérték: kb. 90)
45 DMFA	= dimetil-etanol-amin
DOLA	= dietanol-amin
DEDEE	= dietilenglikol-dietiléter
DEDME	= dietilenglikol-dimetiléter
BUGL	= monoetilenglikol-monobutiléter
50 BUDIGL	= dietilenglikol-monobutiléter
BUAC	= butil-acetát
EGL	= monoetilenglikol-monoetiléter
EGLAC	= monoetilenglikol-monoetil-éter-acetát.

6. Táblázat

Adag alapkeverék (rész) tömeg	Foszforsav (mól/kg)	Hígítószert (tömeg% szilárd anyag-tartalom)	Végő jellemzők [η]/savszer.)	Bázis rész tömeg	Oldószer (tömeg% szilárd anyag-tartalom)
6	76 PSA 30 NPG 28 HXD 18 TMP 12 PP 84	0,92	AKW 1 → 60%	11,2/52,3	10 DMEA DEDEE (55%)
7	89 THPSA 114 HPN 12 TMP 6 PP 84	0,34	AKW 2 → 80% savszámmál (pl. 40)	22,1/26,9	-
8	45 IPS 57 AS 64 NPG 18 TMP 6 PP 84	0,43	AKW 2 → 65%	16,4/34	5 DOLA BUGL (60%)
9	40 IPS 63 AS 67 NPG 16 TMP 6 PP 84	0,43	AKW 2 → 60%	15,5/35	
10	91 IPS 96 HPN 24 TMP 12 PP 84	0,69	XYLOR → 80% savszámmál (pl. 70 savsz.)	21,4/64,4	BUAC 65%

6. Táblázat (folytatás)

Adag alapkeverék (rész) tömeg	Foszforsav (mól/kg)	Hígítószér (tömeg% szilárd anyag-tartalom)	Végző jellemzők [η]/savs.)	Bázis rész tömeg	Oldószér (tömeg% szilárd anyag-tartalom)
11 74 IPS 20 AS 30 NPG 49 HPN 18 TMP 6 PP 84	0,41	AKW 1 → 60%	18,2/34,3	--	DEDME 55%
12 keverék 11	0,41	AKW 1 → 60%	19,1/31,1	10 DMEA	BUGL 55%
13 keverék 11	0,41	AKW 2 → 60%	18,9/32,7	DOLA	BUGL 55%
14* 77 IPS 20 AS 32 NPG 49 HPN 18 TMP		AKW 1 → 60%	22,2/8,0	--	BUGL 50%

* összehasonlító példa

15. példa

A 15. példa foszforsavcsoportokat tartalmazó, akril-módosított alkidgyanta előállítására vonatkozik. Univerzális gyantafőző berendezésben 100 trész technikai, izomerizált, kb. 50 t% konjugált linolsavat tartalmazó linolzsírsavat, 50 trész technikai linolsavat, 47 trész glicerint és 30 trész trimetilol-propánt 160°C-ra melegítünk. Ezután az elegyhez 95 trész ftálsavanhidridet, valamint 6 trész polifoszforsav (84 t% P_2O_5) és 6 trész etanol elegyét adjuk. Ezután a reakcióelegyet 90 percig 180°C-on melegítjük. AKW-val 70 t%-osra hígítjuk és azeotráp körfolyamatban észte-rezzük. Az észterezést 17,0 mg KOH/g sav-szám és 10,1 ml/g (kloroform, 20°C) határ-viszkozitás elérése után megszakítjuk. 107 trész 70 t%-os, foszforsavval módosított alkidgyantát és 58 trész AKW 1-et 90°C-on melegítünk. Ezután 19 trész metilmetakrilátot, 6 trész sztírolt, 10 trész Shellsol AS-t (aromás-dús szénhidrogén oldószer, forráspont-tartomány 187–213°C, Kauri-butanol-érték 92,5) és 2,4 trész lágyítószerrel flegmatizált 50 t%-os dibenzoilperoxid port adunk hozzá 1/2 óra alatt, egyenletes hozzácepegtetéssel. A hozzáadagolás befejezése után 3 órával még 1 tömegrész 50 t%-os dibenzoilperoxidot adunk hozzá. Továbbá 4 óra eltelte után a reakció befejeződik.

Lakktechnikai vizsgálatok

(1) A lakkok előállítása és vizsgálata

(11) a — e lakkok; Va, Vb és Vc összehason-lító (tobue) lakkok.

5 Ismert módszerekkel (például három hen-geres kalanderszéken) a példákban leírt mó-don előállított gyantákból a következő össze-tételű lakkokat állítjuk elő:

10 120 rész titán-dioxid (Rutil)
90 rész példa szerinti gyanta (szilárd gyantában számítva)
10 rész hexametoxi-metil-melamin (HMMM; 100%-os) vagy keres-kedelmi, részben butanollal 60%-os butanolos éterezett me-lamingyanta (BMH, szilárd gyantában számítva).

20 A Va összehasonlító lakkhoz 0,5 trész p-toluolszulfonsavat, a Vb összehasonlító lakkhoz 3 trész ekvimoláris foszforsav-mono- és dibutylésztert adunk. A Vc összeha-sonlító lakkhoz nem adunk további adalékot.

25 A lakkokat AKW1/BUGL 2:1 arányú ol-dószerkeleggyel 1,5–2 Pa-sec viszkozításra hígítjuk, tubuslakkozó gépen alumíniumtubu-sokat vonunk be velük, 4 percig 90°C-on elő-száritjuk, nyomtatjuk és 4 percen át 150°C-on keményítjük (szárazfilm- vastagság: 10–15 μ m).

7. Táblázat

Lakk	alábbi pél-daszerinti lakk	Melamin-gyanta	Ingamíves keménység (sec)	Fényfá-tyol (B)	Hidegállóság*
(a)	6	HMMM	183	2,48	1
(b)	12	HMMM	165	2,33	1
(c)	5	BMH	179	2,32	2
(d)	6	BMH	137	2,35	1
(e)	11	BMH	135	2,37	1
(Va)	14	HMMM	153	2,38	4
(Vb)	14	HMMM	144	MATT	5
(Vc)	14	BMH	128	2,34	5

50

A nyomtathatóság a V_b lakk kivételével jó.

(1.2) (7) Lakkok (ipari beégető lakkok)

100 trész titán-dioxidból (Rutil), 91 trész 13. példa szerinti poliészterből (szilárd gyantában számolva) és 9 trész HMMM-

55

-ből lakkot állítunk elő és annak viszkozítását (DIN 53211/20°C) 1:1 arányú EGLAC és BUAC eleggyel 22 másodpercre állítjuk be. A lakkot megtisztított acéllemeze szórjuk fel és minden esetben 30 percig 120, ill. 140, ill. 160°C-on keményítjük.

8. táblázat

Keményítési hőmérséklet	Ingaműves keménység (sec)	Fényfátyol (8)	Erichsen keménység (hüvelyk/font)	Ütési szilárdság (Joule)
120	175	2,48	7,5	10/10
140	185	2,42	6,5	10/10
160	178	2,38	6,0	6,78/2,26

(1.3) (g) és (h) lakkok: Vd és Ve összehasonlító lakkok (hengerlakkok)
 100 trész titán-dioxidból (Rutil), 60 trész gyantából (szilárd gyantában számítva), 20 trész (szilárd gyantában számítva) kereskedelmi benzoguanamin-formaldehid gyantából (butanollal éterezett, 70 t%-os, butanos oldatban hozzák forgalomba) 10 trész epoxigyantából (epoxi-ekvivalens: 180—192) és egyenként 5 trész- kereskedelmi forgalomban lévő, 86 t% vinil-kloridból és 14 t% vinil-acetátból, ill. 83 t% vinil-kloridból, 16 t%

15 vinil-acetátból és 1 t% maleinsavból készült-kopolimerizátumból a szokásos módon lakkokat állítunk elő. A Ve összehasonlító lakk ezen kívül 1 trész p-toluolszulfonsavat is tartalmaz. A lakkokat 1:1 arányú EGL/BUDIGL oldószerkeleggyel 100—120 másodperc viszkozítására hígítjuk, és hengerek között önozott acéllemezekre visszük fel.
 Keményítés: 150 perc/140°C
 25 Száraz film: — vastagság: 13—17 µm.
 2,3-nál nagyobb fényfátyol-értékű [β] nagyfényű lakkokat nyerünk. A további tulajdonságokat a 9. táblázat foglalja össze:

9. Táblázat

Lakk	Példa szerinti lakk	Ingaműves keménység (sec)	Mélyhúzóhatóság	Sterilizálás-sal szembeni ellenállás
(g)	5	196	1	1
(h)	11	176	1	1
(Vd)	14	123	1	5
(Ve)	14	170	2	5

(1.4) (i) Lakkok: autó-lakk töltőanyag
 50 trész titán-dioxidból (Rutil) 50 trész bárium-szulfátból (kicsapott), 0,2 trész színező koromból, 90 trész a 7. példában leírt poliészterből (szilárd gyantában-számítva), 10 trész HMMM-ből, 2 rész DOLA-ból és 0,6 trész montmorillonit-alapú ülepedésgátló-

45 -szerből egy lakkot állítunk elő. 1:1 arányú EGLAC/BUAC eleggyel 22 másodperc viszkozításra (DIN 53211/20°C) végzett hígítás után a lakkot megtisztított acéllemezekre szórjuk fel és 30 percen át 120, 140 és 160°C hőmérsékleten beégetjük.

50

10. Táblázat

Keményítési hőmérséklet	Ingaműves keménység (sec)	Mélyítés (mm)	Ütési szilárdság (felület) (Joule)
120°C	105	7,0	6,78
140°C	118	9,2	10,0
160°C	107	8,0	3,39

A három rétegű bevonat vizsgálata: A lakkot KETL-alapozással ellátott cinkfoszfátzott acéllemezre szórjuk fel és 140°C-on keményítjük. Erre egy szokásos, kereskedelmi forgalomban kapható utó-fedőlakkot (keményítési hőmérséklet 135°C) hordunk fel. Összehasonlítás céljából egy szokásos, ricinus-aldehyd/epoxigyanta) karbamidgyanta (7:1:2) töltőanyaggal készült bevonatot is megvizsgálunk.

11. Táblázat

	Mélyítés mm	Köütési teszt %
Lakk (i)	5	5
Összehasonlító bevonat	2	40

12. Táblázat

Lakk	Óra múlva nem ragad	Ingaműves keménység 1 hét m u l v a	3 hónap
(j)	1	63	92
(k)	1	60	80

(1.6) (1) Lakk: Aminogyanta nélküli tubuslakk

120 trész TiO_2 -ból (Rutil), 100 trész 15. példa szerinti gyantából (szilárd gyantára számítva) és 0,05 tömegrész Co-ból (Co-oktoát formájában) lakkot állítunk elő, melyet AKW-1-el, kb. 2 Pa.sec. viszkozításra hígítunk, majd tubuslakkozó gépen alumíniumra hordjuk fel. A nyomtatás 6 perc múlva történik, az előszáritást 80°C-on, a keményítést 6 percig 160°C-os végezzük. A bevonat ingaműves keménysége 36 másodperc, fényessége (fényfátyol-érték) 2,45, és hideg hőmérsékleten mért szilárdsága 1.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás beégetőlakkok számára kötőanyagkomponensként szolgáló, foszforsavcsoportokat tartalmazó, dikarbonsavakból, dikarbonsavanhidridekből, többértékű alkoholoiból és adott esetben zsírsavakból álló poliésztergyanták vagy alkidgyanták — melyek adott esetben vinil-monomerekkel és/vagy metakril-monomerekkel végzett kopolimerizációval módosítottak és amelyek határvizkozítása 3,0—25,0 ml/g (DMF, 20°C) és savszáma 10 és 80 mg KOH/g közötti — előállítására az alkalmazott foszforsav teljes megkötése mellett, *azzal jellemezve*, hogy egy olyan poliészter reakcióelegyet vagy alkidgyanta reakcióelegyet, amelyben a poli-

(1.5) (j) és (k) lakkok: karbamidgyanta-lakk

Az alábbi összetételű tömegrész-egységekben) színező pasztákat: (j) (k)
 5 titán-dioxid (Rutil) 30 60
 bárium-szulfát (kicsapott) 30 —
 színező korom 0,2 —
 10. példa szerinti kötő-
 10 anyag 70 70
 (szilárd gyantában szá-
 molva)
 1:1 arányú EGLAC/BUAC eleggyel kb. 50 t% szilárd anyag- tartalomra hígítjuk. Az alkalmazás előtt mindkét pasztához 15 30 trész kereskedelembe kapható karbamid-formaldehid gyantát keverünk, és a viszkozitásokat BUAC-al 25 másodpercre (DIN 53211/20°C) állítjuk be. A keményítés szoba-hőmérsékleten történik.

35 sav-hányad a késztermék 1 kg-jára vonatkoztatva legalább 0,1, előnyösen 0,2—1,5 mól foszfort tartalmaz polifoszorsav alakjában, egy vagy több, az alkalmazott nyersanyagokkal szemben inert, 110°C és 220°C közötti
 40 forrásponttartományú hígítószerrel készített, 40—80 tömeg% szilárdanyag-tartalmú oldatban, a foszforsav gyakorlatilag teljes megkötéséig észterezünk 150—200°C-on a reakcióvíz azeotróp elkülönítése mellett, és
 45 adott esetben a poliésztergyanta vagy alkidgyanta szabad foszforsavcsoportjait aminokkal, előnyösen alkanol-aminokkal végzett sóképzéssel blokkoljuk.
 (E: 1983.07.28.)

50 2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy olyan reakcióelegyből indulunk ki, amelyben a késztermék 1 kg-jára vonatkoztatva a polisav-hányad legalább 0,3 mól foszfort tartalmaz, és a reakció szempontjából inert hígítószerként 110°C és 220°C közötti forrásponttartományú, aromás vagy alifás szénhidrogén oldószereket alkalmazunk
 (E: 1982.07.29.)

60 3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a hígítószer fokozatosan a reakció előrehaladásával adagoljuk.
 (E: 1982.07.29.)

65 4. Az 1—3. igénypont bármelyike szerinti eljárás szórásos alkalmazásra szolgáló, beégető lakkok kötőanyagkomponensként alkalmazható, foszforsavcsoportokat tartalmazó

25

poliésztergyanták vagy alkidgyanták előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a reakcióelegyet, amelyben a késztermék 1 kg-jára vonatkoztatva a polisav-hányad 0,2—0,8 mól foszfort tartalmaz, 3,0 és 5,0 ml/g (DMF, 20°C) közötti határviszkozitásig észterezünk és adott esetben a szabad foszfor csoportokat aminnal végzett sóképzéssel blokkoljuk.

(E: 1983.04.14.)

5. Az 1—3. igénypont bármelyike szerinti eljárás, sterilizálható, flexibilis beégetőlakkok,

26

különösen tubuslakkok kötőanyagkomponenseként szolgáló, foszforsavcsoportokat tartalmazó poliésztergyanták vagy alkidgyanták előállítására, *azzal jellemezve*, hogy egy reakcióelegyet, amelyben a késztermék 1 kg-jára számítva, a polisav-hányad 0,3—1,5 mól foszfort tartalmaz, 8,0 és 25,0 ml/g határviszkozitásig (DMF, 20°C) észterezünk és adott esetben a szabad foszforsavcsoportokat aminnal végzett sóképzéssel blokkoljuk.

5

10

Rajz nélkül

Kiadja: Országos Találmányi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető

№ 1139. Nyomdaipari vállalat, Ungvár