



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 15.V.1968 (P 126 953)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 29.II.1972

Kl. 22 g, 3/66

MKP C 09 d, 3/66

UKD

Współtwórcy wynalazku: Danuta Lipińska, Ludwik Chromy, Konstanty Bukowski

Właściciel patentu: Instytut Badawczo Projektowy Przemysłu Farb i Lakierów
Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania wodorozcieńczalnych spoiw lakierniczych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania wodorozcieńczalnych spoiw lakierniczych z wodorozpuszczalnych żywic ftalowych i aminowych przeznaczonych głównie do produkcji wyrobów lakierowych nakładanych na podłoże metalowe metodą elektroforetyczną.

Sposób wytwarzania wodorozcieńczalnych spoiw lakierniczych według patentu nr 60189 polega na zmieszaniu wodorozcieńczalnej żywicy ftalowej z mieszaniną monoeteru butylowego glikolu etylenowego i alkoholu o długości łańcucha C_2 do C_7 oraz z niejonowym środkiem powierzchniowo czynnym, zobojętnieniu całości zasadami i dodaniu wodorozpuszczalnej żywicy aminowej.

Wyroby lakierowe otrzymane z tych spoiw, w przypadku nakładania metodą elektroforetyczną wykazują szereg wad, a mianowicie: otrzymuje się powłoki o małej grubości, o słabym połysku i niejednorodne. Poza tym, napięcie przebicia takich powłok w czasie nakładania metodą elektroforetyczną jest zbyt niskie i wynosi około 30 V. Istotną wadą powłok z tych spoiw jest niedostateczny stopień usieciowania spowodowany faktem, że żywica aminowa w odróżnieniu od żywicy alki-dowej nie posiada ładunku elektrycznego, a więc nie porusza się w polu elektrycznym i nie bierze udziału w budowie powłoki.

Celem wynalazku jest sposób wytwarzania stabilnych spoiw wodorozcieńczalnych, służących do otrzymania wyrobów lakierowych nanoszonych na podłoże metodą elektroforetyczną, z których otrzymuje się jednorodne powłoki o grubości do 40 mikronów i o dobrym połysku.

2

W tym celu należało opracować taki proces wytwarzania spoiw wodorozcieńczalnych aby całe otrzymane spoiwo było zdolne do poruszania się w polu elektrycznym i do osadzania się na podłożu przewodzącym prąd elektryczny, a przy tym wykazywało również dobrą stabilność, oraz by przez dodatek odpowiednich rozpuszczalników istniała możliwość regulowania rozpuszczalności spoiwa w wodzie i przewodnictwa właściwego roztworu.

Sposób według wynalazku polega na prekondensowaniu wodorozcieńczalnej żywicy ftalowej o liczbie kwasowej 40—100 mg KOH/1 g z sześciometoksymetylomelaminą. Proces prekondensacji prowadzi się w temperaturze poniżej 125°C w czasie 15 minut do 1 godziny, w aparaturze stosowanej do syntezy żywic ftalowych, np. w kotłach typu Heckmann.

Do prekondensacji używa się 5 do 20 części wagowych sześciometoksymetylomelaminą i 95 do 80 części wagowych żywicy ftalowej. Ilość żywicy aminowej stosowanej do prekondensacji zależy od rodzaju żywicy ftalowej. I tak, np. w przypadku żywicy ftalowych modyfikowanych kwasami tłuszczowymi olejów schnących i pół-schnących ilość sześciometoksymetylomelaminą stosowanej do prekondensacji wynosi 5 części wagowych na 100 części wagowych mieszaniny żywic poddawanych prekondensacji, a w przypadku żywicy ftalowych modyfikowanych kwasami nasyconymi, ilość sześciometoksymetylomelaminą wynosi 20 części wagowych na 100 części wagowych mieszaniny żywic poddawanych prekondensacji.

W procesie precondensacji następuje trwałe przyłączenie żywicy aminowej poprzez reaktywne grupy metylowe z grupami hydroksylowymi żywicy alkidowej.

Otrzymany produkt neutralizuje się aminami do osiągnięcia stopnia neutralizacji 80–90%, przy którym pH układu wynosi 8–8,5. Po neutralizacji całość rozpuszcza się w mieszaninie wody destylowanej i rozpuszczalników organicznych, przy czym zawartość rozpuszczalników organicznych w mieszaninie nie powinna wynosić więcej niż 30%. Jako rozpuszczalniki organiczne można stosować: monoeter butylowy glikolu etylenowego, butanol, estry monoeteru butylowego i etylowego glikolu etylenowego oraz chlorowce pochodne etylenu.

Ze spoiw wytwarzanych metodą według wynalazku otrzymuje się jednorodną powłokę o dobrym połysku i dużych grubościach.

Różnice w grubościach i połysku powłok uzyskanych z wyrobu otrzymanego metodą według wynalazku, polegającą na precondensacji 95 części wagowych żywicy ftalowej wodorocieńczalnej modyfikowanej olejem lnianym i tungowym z 5 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo A), a wyrobu otrzymanego znanymi metodami, to znaczy przez zmieszanie 95 części wagowych żywicy ftalowej wodorocieńczalnej modyfikowanej olejem lnianym i tungowym z 5 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo B), przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Zestawienie własności powłok otrzymanych ze spoiw wytwarzanych metodą według wynalazku, polegającą na precondensacji 95 części wagowych żywicy ftalowej powstałej w wyniku reakcji 21,5 części wagowych oleju lnianego, 21,5 części wagowych oleju tungowego, 24 części wagowych trójmetylopropanu i 33 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego z 5 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo A) i znanymi metodami przez zmieszanie 95 części wagowych żywicy ftalowej o tym samym składzie z 5 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo B).

Zawartość rozpuszczalników organicznych 30%, stopień neutralizacji 90%, stężenie roztworu 10%, czas osadzania metodą elektroforetyczną 1,5 minuty.

stałe napięcie prądu (V)		30	40	50	60
stała gęstość prądu (mA/cm ²)		2	2,3	2,6	3,0
Spoiwo A	Grubość powłok (mikrony)	18	23	25	30
	Połysk	40	55	65	65
Spoiwo B	Grubość powłok (mikrony)	4	6	9	12
	Połysk	20	25	25	25

Własności powłok zmieniają się również w zależności od stopnia neutralizacji spoiwa i zawartości rozpuszczalników organicznych, przy czym we wszystkich przypadkach własności te są lepsze dla powłok ze spoiw

otrzymanych metodą według wynalazku. Przedstawiono to w tablicy 2 i w tablicy 3.

Tablica 2

Zestawienie własności powłok otrzymanych ze spoiw wytwarzanych metodą według wynalazku przez precondensację 90 części wagowych żywicy ftalowej powstałej w wyniku reakcji 42 części wagowych kwasów tłuszczowych oleju rycynowego dehydratyzowanego, 24 części wagowych trójmetylopropanu i 34 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego z 10 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo C) i spoiw wytwarzanych znanymi metodami przez zmieszanie 90 części wagowych żywicy ftalowej o tym samym składzie z 10 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo D), w zależności od stopnia neutralizacji. Spoiwa otrzymano z żywicy ftalowej o liczbie kwasowej 50 mg KOH/1 g. Zawartość rozpuszczalników organicznych — 30%. Warunki procesu osadzania — stałe napięcie 50 V, czas osadzania 1,5 minuty.

Stopień neutralizacji (%)		80	85	90	100
Spoiwo C	Grubość powłok (mikrony)	28	26	25	21
	połysk powłok (%)	65	65	65	65
Spoiwo D	Grubość powłok (mikrony)	16	13	12	9
	połysk powłok (%)	25	20	20	20

Tablica 3

Zestawienie własności powłok otrzymanych ze spoiw wytwarzanych metodą według wynalazku przez precondensację 90 części wagowych żywicy ftalowej powstałej w wyniku reakcji 42 części wagowych kwasów tłuszczowych oleju rycynowego dehydratyzowanego, 24 części wagowych trójmetylopropanu i 34 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego z 10 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo C) i spoiw wytwarzanych znanymi metodami przez zmieszanie 90 części wagowych żywicy ftalowej o tym samym składzie z 10 częściami wagowymi sześciometoksymetylomelaminy (spoiwo D).

Stopień neutralizacji spoiwa 80%.

Warunki procesu osadzania — stałe napięcie 50 V, czas osadzania 1,5 minuty. Stężenie roztworu 10%.

Zawartość rozpuszczalników organicznych (%)		15	20	25	30
Spoiwo C	Grubość powłok (mikrony)	21	24	26	28
	połysk	68	72	65	65
Spoiwo D	Grubość powłok (mikrony)	powłoka niejednorodna			8
	połysk	15	15	15	20

Przykład I. 300 kg oleju lnianego, 300 kg oleju tungowego i 330 kg trójmetylopropanu ogrzewa się do temperatury 220°C, dodaje się 0,4 kg wodorotlenku potasu i prowadzi się reakcję przeestryfikacji w temperaturze 230 do 235°C w ciągu 1 godziny. Następnie dodaje się 457 kg bezwodnika kwasu ftalowego i prowadzi się kondensację żywicy w temperaturze 190°C do otrzymania żywicy o liczbie kwasowej 75 mg KOH/1 g.

Do tak otrzymanej żywicy w ilości 1300 kg dodaje się 69 kg sześciometoksymetylomelaminy i po dokładnym wymieszaniu ogrzewa się zawartość reaktora w temperaturze 100°C w ciągu 30 minut. Następnie produkt chłodzi się do temperatury 60°C, dodaje się 195 kg monoeteru butylowego glikolu etylenowego, 143 kg trójetyleaminy i 9710 kg wody destylowanej przy ciągłym mieszaniu. Mieszanie prowadzi się do uzyskania klarownego roztworu żywicy. Otrzymuje się spoiwo o stopniu neutralizacji wynoszącym 80%.

Lakier nakłada się na podłoże metalowe metodą elektroforetyczną otrzymując powłoki jednorodne, gładkie, o połysku 65% i grubości zależnie od przyłożonego napięcia i czasu od 16—30 mikronów.

Przykład II. 1220 kg kwasów tłuszczowych oleju rycynowego dehydratyzowanego 880 kg trójmetylopropanu i 970 kg bezwodnika kwasu ftalowego ogrzewa się w temperaturze 190°C do otrzymania żywicy o liczbie kwasowej 55 mg KOH/g.

Do tak otrzymanej żywicy w ilości 2890 kg dodaje się 321 kg sześciometoksymetylomelaminy i po dokładnym wymieszaniu ogrzewa się zawartość reaktora w temperaturze 120°C w ciągu 45 minut. Następnie produkt chłodzi się do temperatury 60°C, dodaje się mieszając 410 kg mieszaniny monoeter butylowy glikolu etylenowego — butanol w stosunku wagowym 2 : 1 oraz 266 kg trójetyleaminy i 22 870 kg wody destylowanej. Miesza-

nie prowadzi się do uzyskania klarownego roztworu żywicy.

Otrzymuje się spoiwo o stopniu neutralizacji wynoszącym 85%.

Przykład III. 1270 kg kwasów tłuszczowych oleju kokosowego ogrzewa się z 1200 kg trójmetylopropanu w temperaturze 205°C w ciągu 1 godziny. Następnie dodaje się 1040 kg bezwodnika kwasu ftalowego i prowadzi się kondensację żywicy do otrzymania produktu o liczbie kwasowej 65 mg KOH/g.

Do tak otrzymanej żywicy w ilości 3160 kg dodaje się 790 kg sześciometoksymetylomelaminy i po dokładnym wymieszaniu ogrzewa się zawartość reaktora w temperaturze 110°C w ciągu 1 godziny. Następnie produkt chłodzi się do temperatury 60°C, dodaje się 474 kg mieszaniny monoeter butylowy glikolu etylenowego — octan monoeteru etylowego glikolu etylenowego w stosunku wagowym 2 : 1, 255 kg trójetyleaminy i 21 550 kg wody destylowanej przy ciągłym mieszaniu. Mieszanie prowadzi się do uzyskania klarownego roztworu. Otrzymuje się spoiwo o stopniu neutralizacji wynoszącym 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wodorozcieńczalnych spoiw lakierniczych z wodorozpuszczalnych żywic ftalowych i aminowych, **znamienny tym**, że prekondensuje się wodorozcieńczalną żywicę ftalową z sześciometoksymetylomelaminą, w temperaturze poniżej 125°C, przy czym na 100 części wagowych mieszaniny żywic poddawanych prekondensacji stosuje się 5 do 20 części wagowych sześciometoksymetylomelaminy, następnie neutralizuje się produkt reakcji aminami do stopnia neutralizacji 80 — 90% i rozpuszcza w mieszaninie wody destylowanej i rozpuszczalników organicznych.