

JAVÍTOTT TULAJDONSÁGÚ HŐÁLLÓ, POR ALAKÚ BEVONÓKÉSZÍTMÉNY

KIP

KIVONAT

5

A találmány tárgya por alakú bevonókészítmény magas hőmérsékletnek ellenálló bevonat előállítására, ahol a készítmény:

(a) legalább egy polisziloxánt; és

10 (b) a polimer tartalom teljes tömegére számítva körülbelül 0,01-90 tömeg%-ban legalább egy, magas hőmérsékletű mátrix anyagot, amely körülbelül 300-700 °C hőmérséklettartományban lágyl és bizonyos mértékű folyósodást mutat, tartalmaz.

15 A találmány tárgya továbbá fenti készítmény előállítási eljárása, valamint a készítményből kialakított bevonattal rendelkező termék.

A találmány szerinti bevonókészítményből kialakított bevonat még 550 °C feletti hőmérsékleten sem mutat rétegződést.

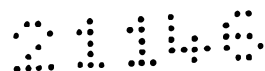
2

07.05.18

180629

UT

repa

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

925 PAT 0082?

JAVÍTOTT TULAJDONSÁGÚ HŐÁLLÓ, POR ALAKÚ BEVONÓKÉSZÍTMÉNY

A jelen találmány hőre keményedő, hőálló, por alakú bevonókészítményre vonatkozik. Pontosabban a jelen készítmény olyan bevonatot biztosít, amely általánosan alkalmazható olyan tárgyakon, amelyek magas hőmérsékletnek lehetnek kitéve, és amely bevonat tapadási hibáktól mentes.

Nagy hőállóságot biztosító por alakú bevonókészítmények kifejlesztésével sok éve foglalkoznak. Ismeretes, hogy polisziloxán gyantákat tartalmazó por alakú bevonókészítmények nagy hőállósággal rendelkeznek. Például Eklund és munkatársai az US 5 905 104 számú szabadalmi leírásban (1999. május 18.) polisziloxán bevonóporokat ismertetnek, amelyek magas hőmérsékletnek ellenálló bevonatot képeznek. Habár az évek során különböző polisziloxán alapú por alakú bevonókészítményeket javasoltak, az ilyen bevonatoknak van egy nehezen kiküszöbölhető jelentős hátránya. Amikor a hagyományos, hőre keményedő polisziloxán alapú porral bevont anyagokat 550 °C, vagy efölötti hőmérsékletnek tesszük ki, beleértve a vörös izzás hőmérsékletét, a bevonatokból a szerves komponensek eltávoznak és a bevonatok gyors zsugorodáson és elridegedésen mennek keresztül, ami a teljes megrepedezésüket és leválásukat, vagy lepergésüket okozza a tárgyról. A probléma megoldására különböző kísérleteket tettek szerves funkciós csoportok bevitelével, például szerves savcsoportok bevitelével a polisziloxán gyantába, vagy tapadást elősegítő anyagok és/vagy szerkezeterősítő töltőanyagok bevitelével a bevonatba, azonban csak korlátozott sikerrel. Magas hőmérsékletű alkalmazásokhoz, mint például a gépjármű kipufogórendszer alkatrészseinél, grillezőknél, tűzhelyek égőfejeinél, vagy hasonlóknál olyan bevonó porok szükségesek, amelyek még magasabb hőmérsékletnek is ellenálló bevonatot biztosítanak.

A jelen találmány szerinti új por alakú bevonókészítmény a fentiekben említett kívánatos jellemzőkkel rendelkezik.

A következőkben találmányunkat röviden összefoglaljuk.

A találmány olyan hőre keményedő, hőálló por alakú bevonókészítményt biztosít, amely különösen hasznos magas hőmérsékletű kémények, kipufogódobok, kipufogó- és szívócsővezetékek, forralók, kemencék, kályhák, égőfejek, gőzvezetékek, hőcserélők, grillezők, konyhai eszközök, és más alkatrészek bevonására, amelyek magas hőmérsékletnek vannak kitéve. A jelen találmány sze-

rinti bevonókészítmény kitűnő hőállósági tulajdonságú bevonatot biztosít és főképpen az olyan tapadási hibáktól mentes, mint például a rétegenkénti leválás és lepergés, amikor magas hőmérsékletnek tesszük ki a bevonatot.

5 A jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítmény az alábbiakat tartalmazza:

1. legalább egy polisziloxánt, előnyösen hidroxil-funkciós polisziloxánt; és
2. legalább egy magas hőmérsékletű mátrix anyagot, előnyösen
10 egy alacsony olvadáspontú szervesetlen üveget, amely abban a hőmérséklettartományban lágyul és mutat bizonyos folyósodást, amelyben a polisziloxán gyanta gyors zsugorodáson és elridegedésen megy keresztül.

Ezen bevonóanyagok egy vagy több rétegét tartalmazó termékek
15 szintén a találmány tárgyát képezik.

A következőkben találmányunkat részletesen ismertetjük.

A leírás további részében, amennyiben másképp nem említjük, az összes %-os érték tömeg%-ban értendő. A kötőgyanták összessége, azaz a polisziloxán gyanta együttvéve bármely más típusú kötőanyag gyantával, mennyisége 100 tömeg%-ban van kifejezve, és a
20 por alakú bevonókészítmény összes többi komponense, mint például a mátrix anyagok, töltőanyagok, pigmentek, folyósodást szabályozó szerek, kötést elősegítő katalizátor, stb. mennyisége tömeg%-ban kifejezett érték a 100 tömeg% gyantára számítva. Az itt
25 használt polisziloxán gyantákat gyakran szilikonoknak vagy polisziloxánoknak vagy polisziloxán polimereknek is nevezik.

A jelen találmány azon a felismerésen alapul, hogy a polisziloxán alapú por alakú bevonóanyagok hőállósági tulajdonságai javíthatók egy olyan magas hőmérsékletű mátrix anyag bevitelével
30 a bevonókészítménybe, amely lágyul és bizonyos mértékű folyósodást mutat abban a hőmérséklettartományban, amelyben a polisziloxán bevonóanyagok elvesztik a szerves komponenseiket és gyors zsugorodáson és elridegedésen mennek keresztül. A magas hőmérsékletű mátrix anyagot oly módon tervezzük meg, hogy ki-
35 töltse azokat az üregeket a bevonatban, amelyek a szerves komponensek elvesztésekor alakulnak ki, és ezáltal csökkentse a zsugorodást és megállítsa a repedések terjedését a filmben, ami a bevonatot tapadási hibáktól mentessé teszi, mint például a levá-

lástól, lepergéstől és régegenkénti leválástól a tárgyról magas hőmérsékleteknél.

Habár a "magas hőmérsékletű" kifejezés egy viszonylagos fogalom, a jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítmények
5 szándékunk szerint olyan hőmérsékleteknek állnak ellen, amelyeknél a legtöbb szerves komponens, beleértve a polisziloxán gyanta szerves csoportjait, leégnek. Ennek megfelelően a jelen találmány szerinti bevonatok esetében kívánatos, hogy például 550 °C, vagy efölötti hőmérsékletnek ellenálljon, habár a felhasználási
10 hőmérséklet és más kívánalmak a bevonó porral szemben az adott bevonási alkalmazásnak megfelelően változhatnak.

A jelen találmány szerinti bevonó porok olyan bevonatokat biztosítanak, amelyek a fentiekben említett kívánatos jellemzőkkel rendelkeznek. A jelen találmány szerinti bevonatok javított
15 hőállósággal és rétegenkénti leválással szembeni ellenállósággal rendelkeznek, és felülmúlják azokat a meglévő termékeket, amelyek jelenleg hőálló bevonatokként állnak rendelkezésre.

A "javított hőállósági jellemzők" kifejezés azt jelenti, hogy a jelen találmány szerinti bevonó porból a tárgyon kialakított bevonat a tárgyon megtapadva marad, miután azt 550 °C vagy
20 afölötti hőmérsékletnek tettük ki.

A "javított rétegenkénti leválással szembeni ellenállósági jellemzők" kifejezés azt jelenti, hogy a jelen találmány szerinti bevonó porból a tárgyon kialakított bevonat nem válik le vagy
25 nem pereg le a tárgyról, miután 550 °C, vagy afölötti hőmérsékletnek tettük ki.

A jelen találmány szerinti bevonatok különösen hasznosak olyan tárgyaknál, amelyeket magas hőmérsékletnek teszünk ki, mint például kéményeknél, kipufogódoboknál, kipufogó- és szívó-
30 csővezetékeknél, kemencéknél, kályháknál, gőzvezetékeknél, hőcserélőknél, grillezőknél, konyhai eszközöknél, és más olyan tárgyaknál, amelyek magas hőmérsékletnek lehetnek kitéve.

Ismert, hogy levegőnek, körülbelül 350 °C fölötti hőmérsékleten kitéve a legtöbb szerves bevonat percekben belül eltűnik. A
35 polisziloxán alapú por alakú bevonatok, habár magas hőmérsékleteknél jobban működnek, szintén így viselkednek, mivel a polisziloxán gyanták, amelyek az ilyen bevonatokba kerülnek, szerves csoportokat tartalmaznak. Amint a polisziloxán gyanták szerves csoportjai eloxidálódnak, a polisziloxán gyanta zsugorodik, és

feszültség keletkezik a bevonatokban, amely a megrepedezésükhöz és leválásukhoz vezet.

A jelen találmány szerinti készítmények előnyösen nagy mennyiségű polisziloxán gyantát tartalmaznak a gyantarendszerben. A gyantarendszer, amely lényegében a jelen találmány egyik előnyös megvalósítási módja szerint teljes egészében polisziloxán, stabilitást biztosít a legmagasabb hőmérsékleteknél, minimális mennyiségű szerves csoportot tartalmaz, és ezért minimális mértékben zsugorodik, amikor a szerves csoportok kiégnek. A por alakú bevonatokhoz használt tipikus polisziloxán gyanták szervesanyag tartalma körülbelül 30 - körülbelül 60% a gyanta összes tömegére vonatkoztatva.

Ennek megfelelően a jelen találmány egyik előnyös megvalósítási módja szerint a jelen találmány szerinti készítmények olyan gyanta vagy kötőanyagrendszert tartalmaznak, amelyek lényegében 100 tömeg%-ban tartalmaznak polisziloxán gyantát, vagy polisziloxán gyanták keverékét. A polisziloxán gyanták 140-260 °C hőmérsékleten térhálós szerkezet kialakulása közben kondenzálódnak.

A jelen találmány szerinti bevonó porok az adott alkalmazástól függően kisebb mennyiségű polisziloxán gyantát is tartalmazhatnak. Amennyiben kisebb mennyiségeket alkalmazunk, a jelen találmány szerinti bevonó porok tipikusan körülbelül 10-100 tömeg% polisziloxán gyantát tartalmaznak a kötőanyag teljes tömegére számítva, előnyösen körülbelül 30-100 tömeg%-ot, és legelőnyösebben körülbelül 40-100 tömeg%-ot. Amennyiben a polisziloxán aránya 10 tömeg% alatti, a bevonat nem megfelelő hőállóságot mutathat.

A találmányhoz megfelelően alkalmazható polisziloxán gyanták bármely alkil és/vagy aril-szubsztituált polisziloxán gyanták, azok kopolimerje, blendje vagy keveréke lehet, az alkil szubsztitúciós csoport előnyösen rövid szénláncú, 1-4 szénatomot tartalmazó alkilcsoport közül megválasztott, előnyösebben az 1-3 szénatomot tartalmazó közül megválasztott, és legelőnyösebben metilcsoport vagy propilcsoport, és az aril szubsztitúciós csoport legelőnyösebben olyan csoport, amely fenilcsoportokat tartalmaz. A jó hőállósághoz a metilcsoport és a fenilcsoport a megfelelő szerves csoport. Általában több metilcsoport esetén hőhatásra a bevonat kisebb mértékű zsugorodását figyelhetjük

meg. A por bevonatok kialakításához a polisziloxán gyantáknak szobahőmérsékleten szilárdnak kell lenniük és előnyösen a Tg értékük (üvegesedési hőmérséklet) legalább 45 °C, és 200 °C hőmérséklet alatt olvadékként feldolgozhatók. Ilyen polisziloxán gyantákra példák a fenilszilikon Silres® 601 vagy a metilszilikon Silres® MK, a Wacker Silicone cégtől (Adrien, Michigan), és a propilfenil Z-6018 vagy metilfenilszilikon 6-2230, a Dow Corning cégtől, stb. Megfelelő gyantákat ismertetnek az US 3 585 065, a 4 107 148, a 3 170 890, és a 4 879 344 számú szabadalmi leírások is, amelyeket a leírásunkban referenciaként adunk meg.

A polisziloxán gyantákon a szerves csoportok szerves funkció-
s csoportokat is tartalmazhatnak, mint például COOH, NCO, amin, epoxi funkció-
s csoportokat, amelyeket például az US 6 046 276, a 6 274 672, a 6 376 607, az 5 280 098, és az 5 516 858 számú sza-
badalmi leírásokban ismertetnek – amelyeket leírásunkban refe-
renciaként adunk meg – további mechanikai tulajdonságok és javí-
tott reaktivitás eléréséhez azzal a filmképző gyantával, amelyet a gyanta rendszerben alkalmaznak.

A fokozott hőállóság eléréséhez, a 200 °C alatti hőmérsék-
leteken jó olvadékkénti feldolgozhatósághoz, és a térhálósodási reakció elősegítésére előnyösen hidroxil-funkciós polisziloxánt alkalmazunk, a hidroxil-funkcionalitás legfeljebb körülbelül 10 tömeg%, előnyösen a körülbelül 0,5 tömeg% – körülbelül 10,0 tömeg% tartományba esik, a polisziloxán szilárd anyag teljes tömegére vonatkoztatva. A polisziloxán polimerek szilícium atomokat tartalmazó alegységeket tartalmazhatnak, amelyek egy, kettő vagy három szerves csoportot tartalmaznak az alábbiak közül: metil-, etil-, propil- és fenilcsoport. Kereskedelmi forgalomban beszerezhető hidroxil-funkciós csoportokat tartalmazó polisziloxánok a következők: Dow Corning® 1-0543, Dow Corning® 6-2230 és Dow Corning® Z-6018 a Dow Corning-től (Midland, Michigan); Wacker Silres® MK és Wacker Silres® 601, 602, 603, 604 és 605 a Wacker Silicona Corp.-től, (Adrien, Michigan); General Electric SR-355 a General Electric-től (Waterford, N.Y.); és PDS-993 a Gelest Inc.-től, (Tullytown, Pennsylvania.). Más megfelelő polisziloxán alapú polimerek az US 4 107 148 (Fujiyoshi és munkatársai) és az US 4 879 344 (Woo és munkatársai) szabadalmi leírásban ismertetettek, amelyeket a leírásunkban referenciaként adunk meg.

A jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítmények szintén tartalmazhatnak egy vagy több, az ilyen bevonatokban általánosan alkalmazott, és a technika állásából ismert gyantákat. Ezek a gyanták, amennyiben alkalmazzuk őket, a kötőanyagrendszer fennmaradó részét teszik ki. Ilyen gyanták magukban foglalják a szerves polimereket és oligomereket, beleértve azokat, amelyek epoxigyantákon, poliésztergyantákon, akril alapú gyantákon, és/vagy uretán gyantákon alapulnak, mint például azok, amelyeket az US 5 998 560 számú szabadalmi leírásban ismertetnek, amelyet a jelen leírásunkban referenciaként adunk meg. Amennyiben a por alakú bevonókészítményben akril alapú polimerek vannak jelen, azok glicidil-, hidroxil- vagy karbonsav-funkciós akrilpolimerek lehetnek.

A jelen találmány szerinti készítmények legkritikusabb komponense a magas hőmérsékletű mátrix anyag. Amint a fentiekben említettük, ezek az anyagok biztosítják a kívánt ellenállóságot a tapadási hibákkal szemben, amennyiben a jelen találmány szerinti bevonó porokból előállított bevonatokat magas hőmérsékletnek tesszük ki. A "magas hőmérsékletű mátrix anyagon" olyan kemény, vagy gumiszerű, szobahőmérsékleten szilárd anyagot értünk, amely vagy amorf, vagy kristályos, vagy a kettő kombinációja, amely nem lágyul meg eléggé ahhoz – legfeljebb 260 °C-os hőmérsékleten – hogy folyóssá váljon (azaz a szokásos polisziloxán alapú porok feldolgozási és térhálósodási hőmérsékleténél), azonban amely meglágyul abban a hőmérséklettartományban, amelyben a polisziloxán gyanták elvesztik szerves komponens tartalmukat és gyors zsugorodáson és elridegülésen mennek keresztül. Előnyösen a mátrix anyag meglágyul és bizonyos mértékű folyósodást mutat körülbelül 300 °C és 700 °C közötti hőmérsékleten, és különösen 375 és 550 °C közötti hőmérsékleten. Az alacsony olvadáspontú szervesetlen üvegek különösen hasznosak magas hőmérsékletű mátrix anyagokként.

A magas hőmérsékletű mátrix anyag előnyösen a körülbelül 0,5-90 tömeg% tartományba eső mennyiségben van jelen a készítmény polimer tartalmára vonatkoztatva, előnyösebben körülbelül 5-70 tömeg%-os mennyiségben, és legelőnyösebben körülbelül 10-50 tömeg%-os mennyiségben, a tapadási hibákkal szembeni ellenállóság növelésére, amennyiben magas hőmérsékletnek tesszük ki. Nyilvánvaló, hogy ezek általános útmutatások és a mátrix anyag

részecskéinek pontos tömeg%-os mennyisége a részecskék sűrűségétől, a kívánt ellenállóság mértékétől, és a por alakú bevonókészítmény más összetevőitől függ.

Amennyiben a magas hőmérsékletű mátrix anyag tartalom túl
5 kicsi, a bevonat nem megfelelő ellenállást mutathat a rétegződéssel szemben. Amennyiben túl nagy, a folyósodás gátolttá válik és a bevonat durva lesz.

Az érdeklődésre számot tartó anyagok a szervetlen üvegek, beleértve azokat, amelyek fém-oxidokat, fluoridokat, kloridokat
10 és hasonlókat, valamint ezen alkotórészek keverékeit tartalmazzák. Különösen érdeklődésre számot tartó anyagok az alacsony olvadáspontú üvegek, amelyek elsődlegesen szilícium-, nátrium- és kálium-, valamint bór-oxidok keverékeit tartalmazzák. Ilyen megfelelő üvegekre példákat az US 4 983 550 és az US 5 217 928 számú szabadalmi leírásokban találhatunk, amelyeket leírásunkban referenciaként adunk meg.

Ezen magas hőmérsékletű mátrix anyagok hasznos tulajdonsága, hogy könnyen bevihetők a bevonó porba. A magas hőmérsékletű mátrix anyag részecskéi bármely formában és méretben bevihetők a
20 bevonatot előállító eljárásba. A könnyű felhasználhatósághoz előnyös, ha a részecskék a legnagyobb dimenziójukat tekintve 100 μm alatti méretűek, s így nem okoznak felületi durvaságot a bevonatban és alaposan diszpergálhatók. A mátrix részecskék felső mérethatára a végső bevonat kívánt vastagságától függ atekintetben, hogy a részecskéknek kisebb méretűeknek kell lenniük, mint
25 a bevonat vastagsága. A legtöbb por alakú bevonatot úgy kívánják felvinni, hogy a száraz film vastagsága körülbelül 50 μm legyen. Így a legtöbb alkalmazásnál a részecskék maximális méretének a legnagyobb kiterjedésnél kisebbnek kell lenni, mint körülbelül
30 50 μm , előnyösen 40 μm .

Előnyös továbbá, ha a részecskék általában gömbszerűek, és különösen előnyös, ha a sűrűségük kisebb, mint körülbelül 2. A "gömböszerű" vagy "szferoid" kifejezések a jelen leírásban általánosan gömbalakot jelentenek. Pontosabban a kifejezés olyan
35 töltőanyagokat takar, amelyek kevesebb, mint 25%-ban tartalmazznak részecske agglomerátumokat vagy töredezett részecskéket, amelyek éles vagy durva éleket tartalmaznak, ily módon a részecskék nem változnak lényegesen a további feldolgozás során.

Megfelelő mátrix anyagokra példák az olyan szervetlen üveg-
részecskék, amelyeket az üreges szferoidok, tömör szferoidok,
rostok, és/vagy üveg fritt közül választunk meg. Szervetlen
kristályos részecskék, mint például a bárium-cirkónium-fluorid,
5 a $\text{BaZr}_2\text{F}_{10}$, mátrix anyagként szintén alkalmazhatók.

Különösen előnyös magas hőmérsékletű mátrix anyagok a Q-
-Cell® 7040S, Q-Cell® 5070S és Q-Cell® 6042S üvegszemcsék a PQ
Corporation-től (Valley Forge, Pennsylvania). Ezen üvegek jel-
lemzőit az 1. táblázatban mutatjuk be.

10

1. táblázat

Üveg	Összetétel	Lágyulási hőmérséklet	Forma	Sűrűség
Q-Cell® 7040S	Si, Na, K, B el- sődleges oxidjai	450-500 °C	üreges, gömb alakú	0,4
Q-Cell® 6042S	Si, Na, K, B el- sődleges oxidjai	400-450 °C	üreges, gömb alakú	0,4
Q-Cell® 5070S	Si, Na, K, B el- sődleges oxidjai	450-500 °C	üreges, gömb alakú	0,7

Szerkezeterősítő töltőanyagok (amelyek a fentiekben említett
15 mátrix anyagoktól eltérőek) adagolhatók a polisziloxán gyanták
és a magas hőmérsékletű mátrix anyagok együttesén alapuló bevo-
natok tulajdonságainak és működésének javítására. Ezek a szerke-
zeterősítő anyagok jól ismertek a technika állásában és ideért-
jük a túszerű anyagokat, mint például a wollasztronitot (kalci-
um-szilikát), a lapkaszerű anyagokat, mint például a csillámokat
20 (kálium-alumínium-szilikátok), rostos anyagokat, mint például az
azbesztokat, valamint különböző mesterségesen előállított rosto-
kat, rúdszerű vagy lapkaszerű tűzálló anyagokat, beleértve a
szilikát üvegeket. Az olyan üvegszemcsék, amelyek magasabb hő-
25 mérsékleten olvadnak, mint a magas hőmérsékletű mátrix anyagok,
szintén alkalmazhatók szerkezeterősítő töltőanyagokként. Tipikus
példák a Nyad M 400, amely wollasztronit töltőanyag a Nyco
Corporation-től, (Willsboros, NY); és a Suzorite 325 HK, amely
flogopit csillám, a Suzorite Mica Products, Inc. cégtől
30 (Boucherville, Quebec, Kanada). További példák a jelen leírásban
hivatkozott szabadalmi irodalomban találhatóak.

Szükség lehet nagy-méret-arányú töltőanyagok bevitelére, mint például amelyeket az US 6 248 824 számú szabadalmi bejelentésben ismertetnek, amelyet leírásunkban referenciaként adunk meg.

5 Szerkezeterősítő anyagokat, amennyiben jelen vannak (azaz, 0 tömeg% fölötti mennyiségben) rendszerint körülbelül 5-50 tömeg%-os mennyiségben viszunk be a készítmény polimer tartalmára vonatkoztatva, előnyösen körülbelül 10-40 tömeg%-os mennyiségben. Amennyiben a szerkezeterősítő anyag tartalom alacsony, a bevonat ellenállása a kopással és fizikai károsodással szemben a megkö-

10 tott állapotban kicsi lehet. Amennyiben túl magas, a folyósodás csökken és a bevonat durvává válik.

A szükséges polisziloxán gyanták és a magas hőmérsékletű mátrix anyagok, valamint adott esetben a kívánt szerkezeterősítő

15 töltőanyagok mellett a jelen találmány szerinti por-alapú bevonókészítmények további olyan adalékanyagokat tartalmazhatnak, amelyeket hagyományosan alkalmaznak a por alakú bevonókészítményekben és a magas hőmérsékleten használt por alakú bevonatokban. Ilyen adalékanyagok: tapadást elősegítő anyagok; töltő-

20 anyagok; pigmentek; folyósító és simító adalékanyagok; gázmentesítő segédanyagok; fényességet módosító szerek; kráterképző szerek, térhálósítószerek; térhálósító katalizátorok; textúrát kialakító anyagok; felületaktív anyagok; szerves képlékenyítőszerek; az elektrosztatikus alkalmazási tulajdonságok javítását

25 szolgáló szerek; korróziós ellenállást javító szerek; a por szárazfolyósodási tulajdonságait javító szerek; és hasonló, amelyeket például az US 5 905 104 számú szabadalmi leírásban ismertetnek, amelyet leírásunkban referenciaként adunk meg. Antimikrobás aktivitással rendelkező vegyületek szintén adagol-

30 hatók, amelyeket az US 6 093 407 számú szabadalmi leírásban ismertetnek, amelyet szintén referenciaként adunk meg.

Habár a polisziloxán gyanták magasabb hőmérsékleteken önmaguktól kondenzálódnak térhálós szerkezet kialakulása közben, gyakran kívánatos kis mennyiségű térhálósító katalizátor alkalmazása, mint például az ón(II)-oktoát, dibutil-ón-dilaurát,

35 cink-oktoát, cink-acetilacetonát, cink-neodekanoát, és ezek keverékei, a gyors gélesedés eléréséhez. Tipikusan legalább körülbelül 0,1 tömeg% ilyen térhálósító katalizátort alkalmazunk a polimer tartalomra számítva, legfeljebb körülbelül 2 tömeg%-ot.

A folyósodást szabályozó szerek legfeljebb körülbelül 3,0 tömeg%-os mennyiségben lehetnek jelen a por-alapú készítményekben, és előnyösen körülbelül 0,5-1,5 tömeg%-ban a teljes polimertartalomra számítva. A folyósodást szabályozó szerek lehetnek akril-alapú anyagok, polisziloxánok és fluor-alapú polimerek. A kereskedelmi forgalomban beszerezhető folyósodást szabályozó szerekre példák a következők: Resiflow[®] PL-200 és Clearflow[®] Z-340 az Estron chemilcal Inc.-től (Calvert City, Ky.); Mondaflo[®] 2000 a Monsanto cégtől (St. Louis, Mo.); Mondarez[®] MFP a Synthron Inc.-től (Morgantown, N.C.); és BYK[®] 361 és BYK[®] 300 a BYK Chemie cégtől (Wallingford, Con.). Az említett szerek a készítmények olvadákfolyósodási tulajdonságait javítják és segítenek a felületi hibahelyek kiküszöbölésében.

A por-alapú készítményekben gázmentesítő szerek használhatók a gázok kibocsátódásának elősegítésére a térhálósítási eljárás során. Ezek az anyagok tipikusan körülbelül 0,1-5,0 tömeg% mennyiségben vannak jelen a teljes polimertartalomra vonatkoztatva. Kereskedelmi forgalomban beszerezhető gázmentesítő szerekre példák az Uraflow[®] B a GCA Chemical Corporation cégtől (Brandenton, Fla.) és a Benzoin az Estron Chemical cégtől (Calvert City, Ky).

Száraz folyósodást elősegítő adalékanyag alkalmazása szintén gyakran kívánatos a por-alapú készítmények szárazfolyósodási tulajdonságainak javítására. Ilyenekre példák a szilícium-oxid kórom, alumínium-oxid, és ezek keverékei. Ezek az anyagok tipikusan körülbelül 0,05-1 tömeg% mennyiségben vannak jelen a teljes polimertartalomra számítva.

Kívánt esetben további tetszőleges adalékanyagok, például szervetlen töltőanyagok alkalmazhatók a már korábban említett szerkezeterősítő töltőanyagokkal együttesen a textúra biztosítására, a fényesség szabályozására, és a bevonat térfogatának növelésére a gazdaságosság fokozásához. További tetszőleges adalékanyagként, például a fentiekben ismertetettek bármelyike szintén alkalmazható a szokásos mennyiségben a készítmények tulajdonságainak további javításához.

A jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítményeket, amelyek szilárd részecskés filmképző keverékek, hagyományos előállítási módszerekkel állítjuk elő, amelyeket a por alakú bevonókészítményeket előállító iparban alkalmaznak. Például a

por alakú bevonókészítményekben használt alkotók, beleértve a magas hőmérsékletű mátrix anyagokat, szárazon blendelhetők és egy extrudálóban olvadékként összekeverhetők olyan hőmérsékleten, amely elegendő a gyanta megolvasztásához a keverékben (előnyösen 200 °C alatti hőmérséklet), majd ezt követően extrudálható. Az extrudált anyagot ezt követően hűtőhengereken a megszilárdulásig hűtik, összezúzzák, majd finom porrá őrlik.

A fenti porral további alkotók keverhetők össze. Ez az eljárási lépés például akkor iktatható be, amikor a további adalék az extrudálás, hűtés, törés vagy őrlés során sérülhet, vagy használhatatlanná válhat, vagy amikor a további adalékanyag sérülést okozhat abban a berendezésben, amelyet a száraz keveréshez, extrudáláshoz, hűtéshez, töréshez, vagy őrléshez alkalmazunk. A magas hőmérsékletű mátrix anyagot tipikusan ebben a lépésben adagoljuk. Ez különösen megfelelő az olyan üveggömbök esetén, amelyek sűrűsége kisebb, mint 2,0.

A magas hőmérsékletű mátrix anyag akkor is elegyíthető a bevonó porral, miután száraz blendeléssel kialakítottuk azt, vagy azon eljárás során, amely „megkötődés”-ként ismert. A megkötési eljárás során a bevonó port, és az azzal "megkötendő" anyagot szárazon blendeljük és hőhatásnak és összeolvasztásnak tesszük ki a különböző részecskék egyesítésére. A mátrix anyagok ebben a lépésben megfelelően adagolhatók. Olyan esetekben, amikor az előre kialakított bevonó por és a magas hőmérsékletű mátrix anyagok nagyon különböző módon fluidizálódnak és töltődnek fel, ami szegregációhoz vezet a blend alkalmazása során, a blendelt anyagok „megkötése” szükséges.

A jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítmények elektrosztatikus porlasztással, termikus vagy láng porlasztással, vagy fluidizált ágyas bevonási módszerekkel alkalmazhatók, amelyek mindegyike ismert a technika állásában jártas szakember számára. A bevonatok fémes és/vagy nem fémes tárgyra vihetők fel. A por alakú bevonó kívánt vastagságban történő felvitelét követően a bevont tárgyat általában a körülbelül 140-260 °C hőmérséklettartományban hevítjük, a készítmény megolvasztásához és folyósításához, és a pornak a tárgyra való rápolimerizálásához és hozzákötéséhez, valamint a térhálós polimer mátrix kialakításához. Bizonyos alkalmazásoknál a bevonandó alkatrész a por alkalmazását megelőzően előmelegíthető, majd a por alkalmazását

követően szükség szerint hevíthető. Gáz vagy elektromos kemencék általánosan alkalmazhatók a különböző hevítési lépésekben, azonban más módszerek (például mikrohullám) szintén ismeretesek. A jelen találmány szerinti por-alapú bevonókészítmények lehetősé-
5 get biztosítanak az alkalmazó számára a végső bevonat hőállóságának javítására és olyan hőálló bevonatok kialakítására, amelyek magasabb hőmérsékleten működnek, mint a technika állásában jelenleg rendelkezésre álló bevonatok.

A jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítményekkel
10 kialakított bevonatok kitűnő hőállósági tulajdonságokat biztosítanak és különösen hasznosak olyan tárgyakon, amelyek magas hőmérsékleteknek lehetnek kitéve, beleértve a kéményeket, kipufogódobokat, kipufogó- és szívócsővezetéseket, forralókat, kemencéket, tűzhelyeket, gőzvezetéseket, hőcserélőket, grillezőket és
15 konyhai felszereléseket.

A jelen találmányt, korlátozó jelleg nélkül, az alábbi példákkal illusztráljuk. Az összes rész és százalék tömegre vonatkoztatott érték, amennyiben másképp nem jelöljük.

Példák

20 1-3. összehasonlító példa

Az 1-3. összehasonlító példa a jelen találmány körén kívül esik, és szándékunk szerint az ismert műszaki megoldás korlátaait illusztrálja.

1. összehasonlító példa

25 Ebben a példában azt mutatjuk be, hogy a polisziloxán gyanták önmagukban nem képeznek rétegződésnek ellenálló bevonatokat.

Az 1. összehasonlító példa szerinti bevonó port 1000 g Silres 604, 10 g Resiflow PL-200 és 5 g benzoin blendelésével állítottuk elő. Az összekevert anyagokat egy ikercsigás
30 extrudálón vezettük át, amely megolvasztotta a gyantát és tovább blendelte a keveréket. Az extrudátumot hűtőhengerek között átvé-
zetve megszilárdítottuk, majd darabokra törtük. A darabokat 10,0 g HDKN20 szilícium-oxid száraz folyósodást javító adalék-
anyaggal kevertük össze és egy kalapácsos malomban megőröltük. A
35 kapott port 180 µm-es szitán (80 mesh) vittük át a durva szemcsék eltávolítására az 1. összehasonlító példa szerinti bevonó por előállítására.

Az 1. összehasonlító példa szerinti port elektrosztatikusan vittük fel egy hideghengerelt, 0,8 mm vastagságú acélpanelre, és

260 °C hőmérsékleten kemencében 15 percen át hevítettük a bevonat kialakítására. Miután szobahőmérsékletre hűtöttük, megvizsgáltuk a bevonat rétegződéssel szembeni ellenállását oly módon, hogy a bevont panelt a hátsó oldaláról propán/levegő lánggal vörös izzásig hevítettük (hozzávetőlegesen 730 °C) 5 percen át, majd hagytuk lehűlni. A hűtés során a vizsgált bevonat lepergést és rétegződést mutatott.

2. összehasonlító példa

Ebben a példában azt mutatjuk be, hogy kis mennyiségű szerkezetereősítő töltőanyag nem biztosítja a polisziloxán gyanták rétegződéssel szembeni ellenállását.

A 2. összehasonlító példa szerinti bevonó port állítottuk elő 1000 g Silres 604 gyanta, 10 g Resiflow PL-200, 5 g benzoin, 75 g Nyad M400 töltőanyag és 75 g 325 HK csillám töltőanyag blendelésével. Az összekevert anyagokat egy ikercsigás extrudálón vezettük át, amely megolvasztotta a gyantát és tovább blendelte a keveréket. Az extrudátumot hűtőhengerek között átvézetve megszilárdítottuk, majd darabokra törtük. A darabokat 10,6 g HDKN20 szilícium-oxid száraz folyósodást javító adalékanyaggal kevertük össze és egy kalapácsos malomban megőröltük. A kapott port 180 µm-es szitán (80 mesh) vittük át a durva szemcsék eltávolítására a 2. összehasonlító példa szerinti bevonó por előállítására.

A 2. összehasonlító példa szerinti port elektrosztatikusan vittük fel egy hideghengerelt, 0,8 mm vastagságú acélpanelre, és 260 °C hőmérsékleten kemencében 15 percen át hevítettük a bevonat kialakítására. Miután szobahőmérsékletre hűtöttük, megvizsgáltuk a bevonat rétegződéssel szembeni ellenállását oly módon, hogy a bevont panelt a hátsó oldaláról propán/levegő lánggal vörös izzásig hevítettük (hozzávetőlegesen 730 °C) 5 percen át, majd hagytuk lehűlni. A hűtés során a vizsgált bevonat lepergést és rétegződést mutatott.

3. összehasonlító példa

Ebben a példában azt mutatjuk be, hogy nagy mennyiségű szerkezetereősítő töltőanyag nem biztosítja a polisziloxán alapú bevonat rétegződéssel szembeni ellenállását.

A 3. összehasonlító példa szerinti bevonó port állítottuk elő 1000 g Silres 604 gyanta, 10 g Resiflow PL-200, 5 g benzoin, 300 g Nyad M400 töltőanyag és 300 g 325HK csillám töltőanyag

blendelésével. Az összekevert anyagokat egy ikercsigás extrudálón vezettük át, amely megolvasztotta a gyantát és tovább blendelte a keveréket. Az extrudátumot hűtőhengerek között átvezetve megszilárdítottuk, majd darabokra törtük. A darabokat 16,1 g HDKN20 szilícium-oxid száraz folyósodást javító adalékanyaggal kevertük össze és egy kalapácsos malomban megőröltük. A kapott port 180 µm-es szitán (80 mesh) vittük át a durva szemcsék eltávolítására.

A 3. összehasonlító példa szerinti port elektrosztatikusan vittük fel egy hideghengerelt, 0,8 mm vastagságú acélpanelre, és 260 °C hőmérsékleten kemencében 15 percen át hevítettük a bevonat kialakítására. Miután szobahőmérsékletre hűtöttük, megvizsgáltuk a bevonat rétegződés ellenállását oly módon, hogy a bevont panelt a hátsó oldaláról propán/levegő lánggal vörös izzásig hevítettük (hozzávetőlegesen 730 °C) 5 percen át, majd hagytuk lehűlni. A hűtés során a vizsgált bevonat lepergést és rétegződést mutatott.

1. és 2. példa

Ezek a példák a találmány tárgykörén belül esnek.

20 1. példa

Ebben a példában azt mutatjuk be, hogy egy polisziloxán gyanta és egy alacsony olvadáspontú üveg együttese rétegződésnek ellenálló bevonatot képez.

Az 1. példa szerinti bevonó port állítottuk elő 1000 g Silres 604, 10 g Resiflow PL-200 és 5 g benzoin blendelésével. Az összekevert anyagokat egy ikercsigás extrudálón vezettük át, amely megolvasztotta a gyantát és tovább blendelte e keveréket. Az extrudátumot hűtőhengerek között átvezetve megszilárdítottuk, majd darabokra törtük. A darabokat 10,1 g HDKN20 szilícium-oxid száraz folyósodást javító adalékanyaggal kevertük össze és egy kalapácsos malomban megőröltük. A kapott port 180 µm-es szitán (80 mesh) vittük át a durva szemcsék eltávolítására bevonó porból.

A fentiekben előállított bevonó por 80 g-ját blendeltük 20 g Q-Cell 7040S üreges üveggömbökkel az 1. példa szerinti por előállítására. Az 1. példa szerinti port elektrosztatikusan vittük fel egy hideghengerelt, 0,8 mm vastagságú acélpanelre és kemencében 260 °C hőmérsékleten 15 percen át hevítettük a bevonat kialakítására.

Miután szobahőmérsékletre hűtöttük, a panelt oldószer ellenállósági tesztnek, ceruzakeményiségi és keresztsraffozásos tapadási vizsgálatnak vetettük alá. A bevonat rétegződés szembeni ellenállóságát oly módon vizsgáltuk, hogy a bevont panelt a hátsó oldaláról propán/levegő lángban vörösizzásig hevítettük (hozzávetőlegesen 730 °C) 5 percen át, majd hűlni hagytuk. A hűtés során a bevonat nem mutatott lepergést vagy rétegződést. A vizsgálati eredményeket a 2. táblázatban mutatjuk be.

2. példa

Ebben a példában javított fizikai tulajdonságú rétegződésnek ellenálló bevonatot mutatunk be.

A 2. példa szerinti bevonó port állítottuk elő 1000 g Silres 604 gyanta, 10 g Resiflow PL-200, 5 g benzoin, 75 g Nyad M400 töltőanyag és 75 g 325HK csillám töltőanyag blendelésével. Az alkotóanyagokat szárazon blendeltük, majd egy ikercsigás extrudálón bocsátottuk át, amely megolvasztotta a gyantát és tovább blendelte a keveréket. Az extrudátumot hűtőhengereken átvezetve megszilárdítottuk, és darabokra tördeltük. A darabkákat 11,6 g HDKN20 szilícium-oxiddal összekevertük és egy kalapácsos malomban megőröltük. A kapott port egy 180 µm-es szitán (80 mesh) a durva szemcsék eltávolítására átszitáltuk, amely során megkaptuk a bevonó port.

A fentiekben előállított bevonó por 80 g-ját szárazon blendeltük 20 g Q-Cell 7040S üreges üveggömbökkel a 2. példa szerinti bevonó por előállítására. A 2. példa szerinti bevonó port elektrosztatikusan vittük fel egy hideghengerelt, 0,8 mm vastagságú acélpanelra, és kemencében 260 °C hőmérsékleten hevítettük 15 percen át a bevonat kialakítására.

Miután szobahőmérsékletre hűtöttük, a panelt kereszt sraffozásos tapadási vizsgálatnak vetettük alá, és jobbnak találtuk, mint az 1. példa szerinti bevonatot, amelynél szerkezeti erősítést nem alkalmaztunk. Megvizsgáltuk a bevonat rétegződés szembeni ellenállását oly módon, hogy a bevont panelt a hátsó oldaláról propán/levegő lánggal vörösizzásig hevítettük (hozzávetőlegesen 730 °C) 5 percen át, majd hűlni hagytuk. A hűtés során a bevonat nem mutatott lepergést vagy rétegződést. A vizsgálati eredményeket a 2. táblázatban mutatjuk be.

2. táblázat

Vizsgálati módszer	1. példa szerinti bevonat	2. példa szerinti bevonat
Keresztsraffozásos tapadás ¹	0B	3B
Rétegződéssel szembeni ellenállás	igen	igen

¹ A keresztsraffozásos tapadást 2 mm-es hézag tartásával vizsgáltuk, az ASTM D3359 számú szabvány B módszerében ismertett eljárás szerint. Az eredményeket a 0-tól (65% fölötti eltávolítás) 5-ig (nincs bevonat eltávolítás) terjedő skála figyelembevételével értékeltük.

A fenti példákból levonható az a következtetés, hogy a magas hőmérsékletű mátrix anyag jelentősen növelte a jelen találmány szerinti por alakú bevonókészítményből kialakított bevonat hőállóságát és rétegződéssel szembeni ellenállását.

Szabadalmi igénypontok

1. Por alakú bevonókészítmény magas hőmérsékletnek ellenálló
5 bevonat előállítására, **azzal jellemezve**, hogy:

(a) legalább egy polisziloxánt; és

(b) a polimer tartalom teljes tömegére számítva körülbelül
0,01-90 tömeg%-ban legalább egy, magas hőmérsékletű mátrix
anyagot, amely körülbelül 300-700 °C hőmérséklettartományban
10 lágyul és bizonyos mértékű folyósodást mutat,
tartalmaz.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, **azzal jellemezve**,
hogy a mátrix anyag a polimertartalomra vonatkoztatva legalább
10 tömeg%.

15 3. A 2. igénypont szerinti készítmény, **azzal jellemezve**,
hogy a por alakú bevonókészítményből kialakított bevonat réteg-
zödést nem mutat, miután legalább 550 °C hőmérsékletnek tettük
ki.

4. A 2. igénypont szerinti készítmény, **azzal jellemezve**,
20 hogy a készítmény további, a polimertartalomra vonatkoztatva kö-
rülbelül 5-50 tömeg% szerkezeterősítő töltőanyagot tartalmaz.

5. A 2. igénypont szerinti készítmény, **azzal jellemezve**,
hogy mátrix anyagként szervetlen üveg részecskéket tartalmaz,
amely a következők közül megválasztott: üreges szferoidok, tömör
25 szferoidok, rostok és fritt.

6. Az 5. igénypont szerinti készítmény, **azzal jellemezve**,
hogy magas hőmérsékletű mátrix anyagként 2 alatti sűrűségű üveg
részecskéket tartalmaz.

7. Az 1. igénypont szerinti por, **azzal jellemezve**, hogy a
30 mátrix anyag szervetlen kristályos részecskék közül megválasz-
tott.

8. Eljárás hőálló por alakú bevonókészítmény előállítására,
azzal jellemezve, hogy:

(a) az 1. igénypont szerinti por alakú bevonóanyagot, a magas
35 hőmérsékletű mátrix anyag nélkül, standard olvadék keveréses
eljárásokkal állítjuk elő; és

(b) a mátrix anyagot a porral blendeljük.

9. Eljárás hőálló por alakú bevonókészítmény előállítására,
azzal jellemezve, hogy:

(a) a mátrix anyagot az olvadék keverés előtt a polisziloxánnal blendeljük; és

(b) az olvadékkeveréssel előállított anyagot standard por előállító eljárásokkal por alakú bevonókészítménnyé alakítjuk át.

5 10. Bevont és a terméken kikeményített bevonattal rendelkező termék, **azzal jellemezve**, hogy legalább egy bevonóréteg az 1. igénypont szerinti por alakú bevonókészítményből van kialakítva.

11. A 10. igénypont szerinti termék, **azzal jellemezve**, hogy a bevonat vastagsága legalább körülbelül 40 μm .

10

E.I. Du Pont de Nemours and Company

helyett a meghatalmazott:

15

Vali

DANUBIA

Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

Dr. Valyon József

szabadalmi ügyvivő

Cst

2007.05.22