



УКРАЇНА

(19) UA (11) 42691 (13) C2

(51) 7 C08G59/40, C08K5/09, C09D5/02,
C09D5/44

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) КАТАЛІЗОВАНЕ, КАТІОННЕ ЗВ'ЯЗУЮЧЕ ДЛЯ ЛАКІВ, СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ ТА КОМПОЗИЦІЯ

(21) 94119090

(22) 27.05.1993

(24) 15.11.2001

(31) A1122/92, A2571/92

(32) 29.05.1992, 24.12.1992

(33) АТ, АТ

(86) РСТ/АТ93/00091, 27.05.1993

(46) 15.11.2001, Бюл. № 10, 2001 р.

(72) Рудольф Шінфер, АТ, Герхард Шмельцер, АТ, Едмунд Урбано, АТ

(73) ВІАНОВА РЕЗІНС АГ, АТ

(56) EP, 138193, 1985.

EP, 0228481, 1987.

EP, 0254834, 1988

(57) 1. Катализовано, катионне лакове зв'язуюче, розбавляе водою після протонування, включає катионне лакове зв'язуюче, сшиває за рахунок переетерифікації, і/або переамінування, і/або переуретанізації, і/або шляхом реакції кінцевих подвійних зв'язків і солі висмута, **відмінне** тим, що воно містить у якості солі висмута соль висмута аліфатическої гідроксикарбонової кислоти, причому вміст висмута в розрахунок вмісту твердого речовини лакового зв'язуючого, становить 0,1-25 мас. %.

2. Лакове зв'язуюче за п. 1, **відмінне** тим, що в якості солі висмута аліфатическої гідроксикарбонової кислоти воно містить соль висмута молочної кислоти і/або диметилпропіонової кислоти, причому вміст висмута, в розрахунок твердого речовини лакового зв'язуючого, становить 0,5-3 мас. %.

3. Лакове зв'язуюче за п. 1, **відмінне** тим, що лакове зв'язуюче використовують у вигляді пастообразної смоли, а в якості солі висмута аліфатическої гідроксикарбонової кислоти воно містить соль висмута молочної кислоти і/або диметилпропіонової кислоти, причому вміст висмута, в розрахунок твердого речовини лакового зв'язуючого, становить 1,5-20 мас. %.

4. Лакове зв'язуюче за пп. 1-3 для катодноосаджуваних лаків при електролакуванні зануренням.

5. Спосіб одержання катализованого катионного лакового зв'язуючого, розбавляемого водою після протонування шляхом змішування лакового зв'язуючого, сшиваемого за рахунок переетерифікації, і/або переамінування, і/або переуретанізації, і/або шляхом реакції кінцевих подвійних зв'язків і солі висмута, **відмінний** тим, що лакове зв'язуюче використовують у вигляді пастообразної смоли, в якості солі висмута використовують соль висмута молочної кислоти і/або диметилпропіонової кислоти, причому вміст висмута, в розрахунок твердого речовини лакового зв'язуючого, становить 0,5-25 мас. % і соль висмута гомогенізують у пастообразній смоле в розчиннику при 30-60°C протягом 15-60 хвилин.

низации, и/или путем реакции концевых двойных связей и соли висмута, **отличающийся** тем, что в качестве соли висмута используют соль висмута молочной кислоты и/или диметилпропионовой кислоты, причём содержание висмута, в расчёте на твёрдое вещество лакового связующего, составляет 0,1-5,0 мас.%, которую, перед добавлением значительных количеств воды в качестве разбавителя, при 60-80°C порциями добавляют к протонированному раствору связующего и затем гомогенизируют при перемешивании при 60-100°C в течение 4-8 часов.

6. Способ по п. 5, **отличающийся** тем, что используют соль висмута молочной кислоты и/или диметилпропионовой кислоты с содержанием висмута в расчёте на твёрдое вещество лакового связующего 0,5-3,0 мас.% и смесь гомогенизируют при 60-70°C.

7. Способ по п. 5, **отличающийся** тем, что при нейтрализации лакового связующего молочной или диметилпропионовой кислотой при гомогенизации в качестве солей висмута молочной или диметилпропионовой кислоты частично или полностью используют соль *in situ* с использованием соответствующих количеств оксида или гидроксида висмута.

8. Способ получения катализованного катионного лакового связующего, разбавляемого водою после протонирования путем смешения лакового связующего, сшиваемого за счёт переэтерификации, и/или переаминирования, и/или переуретанизации, и/или путём реакции концевых двойных связей и соли висмута, **отличающийся** тем, что лаковое зв'язуюче використовують у вигляді пастообразной смолы, в якості солі висмута використовують соль висмута молочної кислоти і/або диметилпропіонової кислоти, причому вміст висмута, в розрахунок твердого речовини лакового зв'язуючого, становить 0,5-25 мас. % і соль висмута гомогенізують у пастообразній смоле в розчинителі при 30-60°C протягом 15-60 хвилин.

9. Способ по п. 8, **отличающийся** тем, что гомогенизацию соли висмута и пастообразной смолы проводят в шаровой мельнице в присутствии пигмента в течение 0,5-1,0 часов.

10. Способ по п. 8, **отличающийся** тем, что при нейтрализации лакового связующего молочной или диметилпропионовой кислотой при гомогенизации в качестве солей висмута молочной или диметилпропионовой кислоты частично или полностью используют соль *in situ* с использованием соответствующих количеств оксида или гидроксида висмута.

(19) UA (11) 42691 (13) C2

низации в качестве солей висмута молочной или диметилпропионовой кислоты, частично или полностью, используют соль *in situ* с использованием соответствующих количеств оксида или гидроксида висмута.

11. Композиция катодноосаждающихся лаков для электролакирования погружением, включающая лаковое связующее и пигмент, **отличающаяся**

тем, что она в качестве лакового связующего содержит лаковое связующее в виде пастообразной смолы, полученное по п. 6, или лаковое связующее по пп. 1-3.

12. Композиция по п. 10, **отличающаяся** тем, что лаковое связующее содержится в виде дисперсии.

Изобретение относится к катализированному, разбавляемому водой после протонирования, катионному лаковому связующему, которое содержит соль висмута алифатических гидроксикарбоновых кислот, способу получения этого связующего и содержащей его композиции осаждаемого на катоде лака.

Катионные лаковые связующие, которые в особенности используются в композициях катодно осаждающихся лаков для электролакирования погружением, сшиваются при повышенной температуре в значительной степени за счет перэтерификации, переаминирования, переуретанизации или за счет реакции концевых двойных связей.

Известно, что такого рода реакции сшивки катализируются соединениями металлов. Такой катализ для отверждения катодно осаждающихся лаковых пленок необходим практически во всех случаях, чтобы достигать требуемого потребителями в промышленности качества.

Самыми важными, применяющимися в настоящее время на практике катализаторами являются соединения свинца и олова. Использование токсичных, соответственно, экологически опасных соединений свинца и олова, однако, в возрастающей мере осложняется, и нужно предусматривать запрещение применения таких веществ.

Поэтому существует особая необходимость в физиологически и практически более безопасных катализаторах, которые можно использовать в катодно осаждающихся лаках для электролакирования погружением.

Уже давно известно, что соединения висмута катализируют образование уретановых структур из изоцианатных и гидроксильных групп (J.H. Saunders и K. C. FP CH, Polyurethanes, Chemistry and Technology aus High Polymers, т. XVI, часть I, Interscience Publishers, изд. Jhn Wiley and Sons, Нью-Йорк, 4-е издание, июль 1967. - С.167).

В перечнях пригодных металлов для применения в лаках для электролакирования погружением также указывается висмут, например, в европейских патентах №№ A2-138193 и A1-0264834.

В европейском патенте A2-138193 описывается применение солей, особенно ацетатов, предпочтительно, двухвалентных металлов для улучшения растворимости полимеров.

Согласно европейскому патенту A1-0264834, пытаются достичь равномерного распределения солей металлов или металлоорганических соединений в полимерных микрочастицах либо за счет процесса "импрегнирования", путем полимеризации в присутствии указанных соединений металлов, либо за счет сополимеризации этиленовоенасыщенных соединений металлов.

В принципе, выбор используемых в лаках для электролакирования погружением соединений висмута очень ограничен. Более легко доступные соли длинноцепных кислот, как октоат висмута, при применении в катионных связующих за счет маслообразных выделений вызывают нарушение в лаковой пленке. Неорганические соединения висмута при введении в связующее, соответственно, в пигментную пасту только плохо распределяется и в этой форме каталитически малоактивны.

В настоящее время неожиданно найдено, что комбинации катодно осаждающихся лаковых связующих с определенными солями висмута при соответствующей рецептуре лаков обладают отличными свойствами нанесения и качествами пленок и, таким образом, можно отказаться от применения соединений свинца и олова. Соответственно этому, изобретение относится к катализированному, разбавляемому водой после протонирования, катионным лаковым связующим, которые отличаются тем, что они содержат сшивающиеся за счет перэтерификации и/или переаминирования, и/или переуретанизации, и/или путем реакции концевых двойных связей катионные лаковые связующие и соли висмута алифатических гидроксикарбоновых кислот.

Изобретение относится, далее, к способу получения катализированных лаковых связующих и их применению в составах катодно осаждающихся лаков для электролакирования погружением.

Изобретение относится, таким, образом, к катодно осаждающимся лакам для электролакирования погружением, которые содержат катализированные лаковые связующие в форме пигментных паст, а также другие лаковые связующие, причем они по своему химическому строению аналогичны или отличны от получаемых согласно изобретению лаковых связующих и, в случае необходимости, находятся в виде дисперсий.

Особенно пригодными солями висмута являются лактат висмута и соль висмута диметилпропионовой кислоты [2,2-бис-(гидроксиметил)-пропионовая кислота]. Эти соединения превосходно совместимы с обычными катионными связующими, причем, содержание висмута, в расчете на содержание твердого вещества в лаковом связующем составляет 0,1-5,0 вес.%, предпочтительно, 0,5-3,0 вес.%.

Получение катализированных лаковых связующих; осуществляют таким образом, что перед добавкой значительных количеств воды в качестве разбавителя порциями добавляют при 60-80°C соль висмута к протонированному раствору связующего, и затем смесь гомогенизируют при перемешивании при 60-80°C, предпочтительно, при 60-

70°C в течении нескольких часов, предпочтительно, 4-8 часов.

При применении молочной кислоты или диметилпропионовой кислоты в качестве нейтрализующего средства для катионного лакового связующего вместо солей висмута; полностью или частично, можно использовать соответствующее количество оксида или гидроксида висмута, благодаря чему образуется *in situ* используемая согласно изобретению соль висмута.

Лаковые связующие, которые можно катализировать с помощью способа согласно изобретению, большей частью известны из литературы. Поэтому нет необходимости более подробно останавливаться на строении и химии этих продуктов. То же самое можно сказать и в отношении состава и, соответственно, обработки соответствующих пигментных паст и лаков.

В конкретной форме осуществления соль висмута гомогенизирует в используемом в виде пастообразной смолы лаковом связующем в растворителе при 30-60°C в течение 15-60 минут и затем в шаровой мельнице, в случае необходимости - в присутствии пигментов в течение 0,5-1,5 часов.

Применяемые в виде пастообразной смолы, сшивающиеся путем переэтерификации и/или переаминирования, и/или переуретанизации, и/или путем реакции концевых двойных связей катионные лаковые связующие многократно описаны, например, в патенте ФРГ 2634211-C2, изложенном в описании изобретения к неакцептованной заявке на патент ФРГ 2634229, в европейских патентах №№ А1-107089, А1-107098, А2-251772, А2-336599 и в патенте Австрии 380264.

Содержание висмута в расчете на содержание твердого вещества в применяемом в виде пастообразной смолы лаковом связующем составляет 0,5-25 вес.%, предпочтительно, 1,5-20 вес.%.

Катализированные, применяемые в виде пастообразных смол лаковые связующие, согласно известным способам, переводят в соответствующие пигментные пасты, которые в составах катодно осаждающихся лаков для электролакирования погружением комбинируют с другими лаковыми связующими, причем последние по своему химическому строению аналогичны или отличны от пастообразных смол и, в случае необходимости, находятся в виде дисперсий.

Нижеследующие примеры поясняют изобретение, не ограничивая, его объема охраны. Все данные в частях или процентах относятся к весовым единицам. В примерах используют следующие сокращения:

ЭГЭ - простой этиленгликольмоноэтиловый эфир,

ДЭАПЛ - диэтиламинопропиламин,

КЭ - сложный глицидиловый эфир C₉-C₁₁-трет.-монокарбоновой кислоты,

БУГЛ - простой этиленгликольмонобутиловый эфир,

МП - метоксипропанол,

ТДИ - толуилендиизоцианат (имеющаяся в продаже смесь изомеров,

ДЭГДМЭ - простой диэтиленгликольдиметиловый эфир,

ПФ 91 - 91%-ный параформальдегид.

Приготовление компонентов связующего:

Базовая (исходная) смола Б 1:

190 г Эпоксидной смолы на основе бисфенола-А (эпоксидный эквивалент 190) и 1425 г эпоксидной смолы на основе бисфенола-А (эпоксидный эквивалент 475) при 100°C растворяют в 597 г ЭГЭ. Раствор охлаждают до 60°C и смешивают со 126 г диэтанолamina. В течение 2-х часов температуру медленно повышают до 80°C. Затем добавляют 169 г ДЭАПЛ. В течение 2 часов температуру повышают до 120°C. При этой температуре добавляют 478 г КЭ, смесь перемешивают в течение 5 часов при 130°C и, наконец, разбавляют с помощью ЭГЭ до содержания твердого вещества 65 вес.%. Смола имеет аминное число 91 мг КОН/г и гидроксильное число 265 КОН/г; каждое в расчете на твердое вещество.

Базовая смола Б 2:

2 г Азобисизобутиронитрила при нагревании растворяют в 40 г изопропанола. К прозрачному раствору при температуре кипения с обратным холодильником (примерно 84°C) в течение 2-х часов равномерно добавляют смесь мономеров, состоящую из 20 г глицидилметакрилата, 20 г гидроксиэтилметакрилата, 20 г метилметакрилата и 40 г 2-этилгексилметакрилата, в которой растворены 2 г азобисизобутиронитрила с образованием прозрачного раствора. Реакционную массу перемешивают следующие 3 часа при температуре кипения с обратным холодильником. Затем в реакционную массу при 85°C быстро добавляют гомогенный раствор 16 г диизопропаноламина в 20 г БУГЛ, смесь перемешивают еще 2 часа при 90°C и, наконец, продукт при 90°C разбавляют с помощью 13 г ЭГЭ и при 40°C разбавляют ацетоном.

Смола имеет содержание твердого вещества 57 вес.%, аминное число 58 мг КОН/г и гидроксильное число 250 мг КОН/г, каждое в расчете на твердое вещество.

Базовая смола Б 3:

570 г (3 г-эквивалента) Эпоксидной смолы на основе бисфенола-А (эпоксидный эквивалент 190) и 317 г МР нагревают до 60°C, в течение 2-х часов смешивают со смесью из 116 г (0,9 г-эквивалента) этилгексилamina и 163 г (0,15 г-эквивалента) полимерного амина (см. ниже) и проводят реакцию вплоть до значения 2,06 миллиэквивалента. Затем добавляют 1330 г (2,1 г-эквивалента) 75%-ного раствора эпоксидной смолы на основе бисфенола-А (эпоксидный эквивалент 475 г) в МП. Затем в течение 1 часа при 60°C, добавляют раствор 189 г (1,8 г-эквивалента) диэтанолamina в 176 г МП, и реакцию проводят вплоть до значения 1,57 миллиэквивалента. После дальнейшего добавления раствора 78 г (1,2 г-экв.) ДЭАПЛ в 54 г МП реакцию проводят в течение часа при 60°C вплоть до МЕО-значения=1,46. Температуру повышают до 90°C и затем в течение следующего часа - до 120°C. При достижении вязкости I-J (по Гарднеру-Хольду, 6 г смолы+4 г МП) разбавляют с помощью МП до содержания твердого вещества 65 вес.%. Продукт имеет аминное число 117 мг КОН/г и гидроксильное число 323 мг КОН/г, каждое в расчете на твердое вещество.

Полимерный амин получают путем взаимодействия 1 моля диэтилентриамина с 3,1 молями

простого 2-этилгексилглицидилового эфира и 0,5 моля эпоксидной смолы на основе бисфенола-А (эпоксидный эквивалент 190) в 80%-ном растворе МП. Продукт имеет вязкость (ДИН 53211/20°C, 100 г смолы+30 г МП) 60-80 секунд.

Компонент сшивки КС 1:

В реакционном сосуде, который снабжен пригодным для осуществления азеотропной операции устройством и колонкой с колпачковыми тарелками для отделения образующегося при частичной переэтерификации спиртового компонента, к смеси из 160 г (1 моль) сложного диэтилового эфира малоновой кислоты 0,34 г (0,004 моль) пиперидина к 0,22 г (0,004 моль) 85 %-ной муравьиной кислоты при 80°C добавляют 29,7 г (0,9 моль) 91%-ного параформальдегида порциями так, чтобы при протекании экзотермической реакции температура не превышала 95°C. Реакционную смесь перемешивают при 95°C, пока параформальдегид полностью не растворится. При начинающемся отщеплении воды температура в течение 2-х часов повышается до 110°C. После достижения температуры 110°C вместе со специальным бензином (пределы кипения 80-120°C) в качестве вещества-носителя отгоняются в целом 9 г воды. При подсоединении вакуумной линии затем удаляют использованное вещество-носитель.

После добавки 22,8 г (0,3 моля) 1,2-пропиленгликоля смесь нагревают вплоть до начала перегонки (140-150°C). При повышающейся температуре отгоняют 27 частей (0,6 моля) этанола. Полученный продукт имеет содержание твердого вещества (120°C, 30 минут) примерно 92 вес.%, ОН-число ниже 5 мг КОН/г, характеристическую вязкость примерно 5,2 мл/г (20°C, диметилформамид) и показатель преломления $n_D^{20} = 1,4670$.

Компонент сшивки КС 2:

Продукт взаимодействия 134 г (1 моль) триметилпропана с 851 г (2,8 моль) полублокированного с помощью 2-этилгексанола ТДИ в 70%-ном растворе ДЭГДМЭ.

Компонент сшивки КС 3:

134 г (1 моль) Триметилпропана смешивают со 160 г (1 моль) сложного диэтилового эфира малоновой кислоты и нагревают вплоть до начала перегонки (примерно 140-150°C). При повышающейся температуре (вплоть до 180°C) отгоняют 46 г (1 моль) этанола. По окончании реакции разбавляют с помощью 128 г ДЭГДМЭ и охлаждают до 60°C. Затем добавляют 264 г (1 моль, соответственно, 1 ПСО-эквивалент) продукта реакции на 1 моля ТДИ и 1 моля ЭГЭ в течение 4-х часов, и реакцию проводят при 60°C вплоть до ПСО-содержания ниже 0,02 миллиэквивалентов на г пробы.

Полученный продукт имеет содержание твердого вещества 80±2 вес.% (30 минут, 120°C), вязкость по Гарднеру-Хольду К (10 г продукта+2 г ДЭГДМЭ) и показатель преломления $n_D^{20} = 1,4960$.

Пастообразная смола П 1:

(соответственно примеру 2 патента Австрии 380264)

В снабженном мешалкой, термометром, капельной воронкой, водоотделителем и обратным холодильником реакционном сосуде 320 частей

эпоксидной смолы на основе полипропиленгликоля (эквивалентный вес составляет примерно 320) при температуре 75-80°C вводят во взаимодействие со 134 частями жирного амина сала и 52 частями ДЭАПА вплоть до получения значения эпоксидного эквивалента, равного 0. После добавки 30 частей ПФ 91 с помощью специального бензина (пределы кипения 80-120°C) азеотропно удаляют 19 частей реакционной воды. Вещество-носитель затем отгоняют в вакууме.

Пастообразная смола П 2:

(соответственно примеру 1 европейского патента В 1-0107098).

302 части продукта взаимодействия из 286 частей димеризованной жирной кислоты со 127 частями диметиламинопропиламина (примерно 2 часа при 155-140°C, удаление избыточного амина в вакууме) и 209 частей 2-бутоксизтанола в пригодном реакционном сосуде нагревают при 50°C. После добавления 90 частей 88%-ной молочной кислоты температуру поддерживают в течение примерно 15 минут при 55-65°C. Этот процесс повторяют после добавления 72-х частей деионизированной воды. Наконец, добавляют 128 частей простого бутилглицидилового эфира. Смесь выдерживают еще 2 часа при 75-85°C. Продукт реакции имеет содержание твердого вещества примерно 62 вес.%

Получение соединений висмута

а) Формиат висмута	466 частей (1 моль) оксида висмута+379 частей (7 моль) 85%-ной муравьиной кислоты в воде+1126 частей воды
б) Ацетат висмута	466 частей (1 моль) оксида висмута+420 частей (7 моль) уксусной кислоты+1332 части воды
в) Лактат висмута	466 частей (1 моль) оксида висмута+901 часть (7 моль) 70%-ной молочной кислоты в воде
г) Деметилпропионат висмута	466 частей (1 моль) оксида висмута+938 частей (7 моль) диметилпропионовой кислоты+2154 части воды.
д) Салицилат висмута	466 частей (1 моль) оксида висмута, 960 частей (7 моль) салициловой кислоты+2135 частей воды.

Берут деионизированную воду и кислоту и нагревают до 70°C (Bi_2O_3) При перемешивании порциями добавляют продажный оксид висмута (Bi_2O_3). После перемешивания в течение следующих 6 часов при 70°C смесь охлаждают примерно до 20°C.

Примеры 1-13

Приготовление и испытание катализированных лаковых систем

Примеры 1-9 и 11-13 (табл. 1) включают комбинации связующих с различными солями висмута. В примере 10 используется в качестве сравнения соответствующий уровень техники катализатор на основе свинца (октоат свинца).

Компоненты связующего смешивают при 60°C в соотношении 70 частей базовой смолы и 30 частей компонента сшивки (в расчете на твердые

вещества). Затем добавляют кислоту, причем в предварительных опытах определяют требуемое количество нейтрализующего средства для достижения безупречной растворимости в воде. Нагревают до 70°C и в течение 2-х часов при перемешивании порциями добавляют соединение висмута. Затем перемешивают еще 6 часов при 60-70°C и, наконец, разбавляют метоксипропанолом до содержания твердого вещества 65 вес.%.

В примерах 1 и, соответственно, 6 вместо лактата висмута добавляют к нейтрализованной с помощью молочной кислоты комбинации связующего имеющийся в продаже оксид, соответственно, гидроксид висмута.

Для контролирования требуемого гомогенного и стабильного распределения продукты разбавляют далее метоксипропанолом до содержания твердого вещества 50 вес.%. Спустя 24 часа оценивают образование осадка.

С использованием вещества согласно примерам 1-13 берут 100 частей связующего (твердое вещество), 39,5 частей оксида титана, 0,5 частей цветной сажи и получают обычным образом пигментированные лаки с содержанием твердого вещества 18 вес.%. Из этих лаков на стальных листах катодно осаждают пленки с толщиной пленок в сухом состоянии 20 ± 2 мкм и подвергают горячей сушке в течение 20 минут при температурах 160°, 170°, 180°C.

Для испытания подвергнутых горячей сушке пленок на их устойчивость к ацетону пропитанный ацетоном кусок ваты помещают на лаковую пленку и определяют время, спустя которое пленку можно повреждать путем царапания ногтем.

Испытание на ударную прочность пленок осуществляют по Эриксену (ASTM-D 2794).

Устойчивость против коррозии пленок определяют в виде теста в солевом тумане согласно ASTM B-117-64. Указывается время вплоть до миграции по сечению, в целом, на 3 мм.

Результаты представлены в табл. 2.

Примеры 14-17

Приготовление и испытание катализированных лаковых систем при применении катализированных пастообразных смол.

Приготовление раствора связующего.

70 частей базовой смолы Б 1 при 60°C смешивают с 30 частями компоненты сшивки КС 2 (в расчете на твердые вещества). После нейтрализации с помощью молочной кислоты (45 моль на 100 г твердого вещества связующего) разбавляют деионизированной водой до содержания твердого вещества 15 вес.%.

Пример 14

275 частей пастообразной смолы П 1 смешивают примерно при 50°C в течение 30 минут в растворителе с 22,7 частями молочной кислоты и 56 частями оксида висмута и в течение 1 часа растирают в шаровой мельнице (содержание висмута 18,0 вес.%, в расчете на содержание твердого вещества в пастообразной смоле П 1).

Затем разбавляют с помощью 1552 частей воды. После добавления 16 частей цветной сажи и 1584 частей диоксида титана еще раз растирают в

течение 1 часа в шаровой мельнице. 636 частей этой пигментной пасты диспергируют в 4364 частях вышеописанного раствора связующего. Пигментированный лак имеет содержание твердого вещества примерно 18 вес.% (содержание висмута составляет 1,4 вес.% в расчете на содержание твердого вещества во всем лаковом связующем).

Пример 15

458 частей пастообразной смолы П 2 примерно при 45°C в течение 30 минут, смешивают в растворителе с 231 частью диметилпропионата висмута (содержание металла - 12%), (содержание висмута составляет 10 вес.% в расчете на содержание твердого вещества пастообразной смолы П 2).

Затем разбавляют с помощью 1193 частей воды. После добавления 16 частей цветной сажи и 1601 части диоксида титана еще раз в течение 30 минут смешивают в растворителе и растирают в течение 1 часа в шаровой мельнице. 636 частей этой пигментной пасты диспергируют в 4364 частях вышеописанного раствора связующего. Пигментированный лак имеет содержание твердого вещества примерно 18 вес.% (содержание висмута 0,9 вес.%, в расчете на содержание твердого вещества по всем лаковому связующем).

Пример 16

275 частей пастообразной смолы П 1 примерно при 50°C в течение 30 минут смешивают в растворителе с 60,0 частями молочной кислоты и 77 частями оксида висмута и в течение 1 часа растирают в шаровой мельнице (содержание висмута 25,0 вес.% в расчете на содержание твердого вещества в пастообразной смоле П 1).

Затем разбавляют с помощью 1537 частей воды. После добавления 16 частей цветной сажи и 1584 частей диоксида титана еще раз в течение 1 часа растирают в шаровой мельнице. 636 частей этой пигментной пасты диспергируют в 4364 частях вышеописанного раствора связующего. Пигментированный лак имеет содержание твердого вещества примерно 18 вес.% (содержание висмута равно 1,4 вес.%, в расчете на содержание твердого вещества во всем лаковом связующем).

Пример 17

458 частей пастообразной смолы П 2 примерно при 45°C в течение 30 минут смешивают в растворителе с 12 частями диметилпропионата висмута (содержание металла - 12%) (содержание висмута 0,5 вес.% в расчете на содержание твердого вещества в пастообразной смоле П 2).

Затем разбавляют с помощью 1193 частей воды. После добавления 16 частей цветной сажи и 1601 части диоксида титана еще раз смешивают в растворителе в течение 30 минут и растирают в течение 1 часа на шаровой мельнице. 636 частей этой пигментной пасты диспергируют в 4364 частях вышеописанного раствора связующего. Пигментированный лак имеет содержание твердого вещества примерно 18 вес.% (содержание висмута равно 0,15 вес.%, в расчете на содержание твердого вещества во всем лаковом связующем).

Технические испытания лака осуществляют таким же образом, как в случае примеров 1-13. Результаты представлены в табл. 3.

Таблица 1

Пример №	Базовая смола	Отвердитель	Кислота	Соединения металлов	Содержание металла в вес. %	Совместимость спустя 24 часа
1	Б3	КС3	Молочная кислота	Оксид висмута	1,5	хорошо
2	Б3	КС2	Молочная кислота	Лактат висмута	1,5	хорошо
3	Б1	КС2	Уксусная	Ацетат висмута	1,5	осадок
4	Б3	КС3	Уксусная	Формиат висмута	1,5	осадок
5	Б3	КС3	Молочная кислота	Диметилпропионат висмута	1,5	хорошо
6	Б2	КС2	Молочная кислота	Гидроксид висмута	1,5	хорошо
7	Б3	КС3	Молочная кислота	Салицилат висмута	1,5	осадок
8	Б1	КС1	Молочная кислота	Диметилпропионат висмута	1,5	хорошо
9	Б1	КС2	Молочная кислота	Лактат висмута	1,5	хорошо
10	Б1	КС1	Муравьиная кислота	Октоат свинца	1,5	хорошо
11	Б3	КС2	Молочная кислота	Лактат висмута	0,15	хорошо
12	Б1	КС2	Молочная кислота	Лактат висмута	3,0	хорошо
13	Б1	КС1	Молочная кислота	Диметилпропионат висмута	5,0	хорошо

¹⁾ в расчете на содержание твердого вещества во всем лаковом связующем

Таблица 2

Пример №	Ацетоновый тест			Ударопрочность (дюйм/фунт)*			Тест в солевом тумане (часы)		
	160°C	170°C	180°C	160°C	170°C	180°C	160°C	170°C	180°C
1	20	80	150	5	40	>80	500	1000	>1000
2	60	>180	>180	10	>80	>80	800	>1000	>1000
3	1	1	10	<5	<5	10	<300	<300	<300
4	5	5	10	<5	<5	20	<300	<300	<300
5	50	>180	>180	10	>80	>80	800	>1000	>1000
6	10	60	160	5	>30	>80	800	1000	>1000
7	1	1	10	<5	5	5	<300	<300	<300
8	20	70	>180	>80	>80	>80	500	>1000	>1000
9	120	>180	>180	>80	>80	>80	800	>1000	>1000
10	50	120	>180	5	>60	>80	500	1000	>1000
11	5	5	60	>5	>5	>80	>300	500	1000
12	>180	>180	>180	>80	>80	>80	>1000	>1000	>1000
13	>180	>180	>180	>80	>80	>80	>1000	>1000	>1000

* дюйм/фунт=2,5 см/453,6 г=0,0055 см/г=5,5 мм/г

Таблица 3

Пример №	Ацетоновый тест (секунды)			Ударопрочность (дюйм-фунт)*			Тест в солевом тумане (часы)		
	160°C	170°C	180°C	160°C	170°C	180°C	160°C	170°C	180°C
14	30	150	>180	5	60	>80	300	1000	>1000
15	50	>180	>180	20	>80	>80	500	>1000	>1000
16	120	>180	>180	60	>80	>80	1000	>1000	>1000
17	5	20	150	5	5	>80	300	500	1000

* дюйм-фунт=2,5 см/453,6 г=5,5 мм/г

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2002 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
