



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **105917** (13) **C2**
(51) МПК (2014.01)
C08K 3/00
C09D 5/08 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2011 10385	(72) Винахідник(и):	Лінгенфельтер Тор Г. (US), Фолей Аманда (US), Ракієвич Едвард Ф. (US), Карабін Річард Ф. (US)
(22) Дата подання заявки:	27.01.2010	(73) Власник(и):	ППГ ІНДАСТРІЗ ОГАЙО, ІНК., 3800 West 143rd Street, Cleveland, OH 44111, United States of America (US)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.07.2014	(74) Представник:	Слободянюк Оксана Олександрівна, реєстр. №216
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	61/147,583, 12/693,626	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	US 2008/145678 A1, 19.06.2008 US 2005/025991 A1, 03.02.2005
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	27.01.2009, 26.01.2010		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	US, US		
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.11.2011, Бюл.№ 21		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.07.2014, Бюл.№ 13		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/US2010/022194, 27.01.2010		

(54) КОМПОЗИЦІЯ ЕЛЕКТРООСАДЖУВАНОГО ПОКРИТТЯ, ЯКА МІСТИТЬ СИЛАН ТА ІТРІЙ

(57) Реферат:

Композиція електроосаджуваного покриття, що містить (i) плівкоутворюючий полімер, (ii) інгібітор корозії і (iii) силан, який не містить ненасиченого за типом етилену подвійного зв'язку.

UA 105917 C2

Посилання на споріднені заявки

Дана заявка претендує на позитивний ефект заявки US No 61/147,583 поданої 27 січня 2009.

Галузь техніки, до якої належить винахід

Даний винахід належить до композицій електроосаджуваних покриттів.

5 Відомий рівень техніки

Електроосадження як спосіб нанесення покриттів включає осадження композиції електроосаджуваного покриття на основу, що проводить і знаходиться під дією прикладеного електричного потенціалу. Важливість електроосадження в галузі нанесення покриттів зростає, тому що, в порівнянні з неелектрофоретичними способами нанесення покриття, електроосадження дає збільшення коефіцієнта використання фарби, поліпшений захист від корозії і низьке забруднення довкілля.

При електроосадженні композицію електроосаджуваного покриття осаджують на основу, яка до здійснення електроосадження заздалегідь оброблена розчином для попередньої обробки, таким як розчин фосфату цинку для попередньої обробки. Усунення стадії попередньої обробки понизило б витрати, пов'язані з нанесенням покриття на основу, а також усунуло б будь-які хімічні побічні продукти, які утворюються на стадії попередньої обробки. Крім того, на підприємстві по виробництву автомобільного устаткування усунення устаткування для попередньої обробки означало б, що розмір підприємства потенційно міг би бути зменшений або що цінний виробничий простір міг бути звільнений.

20 Відповідно даний винахід відноситься до композиції електроосаджуваного покриття, яка може бути нанесена на основу без попередньої обробки.

Короткий виклад сутності винаходу

Даний винахід відноситься до композиції електроосаджуваного покриття, що включає (i) плівкоутворюючий полімер, (ii) ітрій і (iii) силан, який не містить ненасиченої за типом етилену подвійного зв'язку. Крім того даний винахід відноситься до основи з нанесеним такою композицією покриттям.

Даний винахід також відноситься до композиції електроосаджуваного покриття, що складається по суті з (i) плівкоутворюючого полімеру, що містить реакційноздатні функціональні групи, (ii) ітрію, (iii) силану, який не містить ненасиченого за типом етилену подвійного зв'язку; (iv) зшиваючого агента, який є реакційноздатним по відношенню до реакційноздатних функціональних груп плівкоутворюючого полімеру; і (iv) каталізатора.

Даний винахід також відноситься до композиції електроосаджуваного покриття, що включає (i) плівкоутворюючий полімер, (ii) ітрій, і (iii) аміносилан. Крім того, даний винахід відноситься до основи з нанесеною такою композицією покриття.

35 Детальний опис винаходу

Відповідно до використання в описі, якщо явно не обумовлене інше, усі числа, що означають значення, діапазони, кількості або відсотки, можуть бути представлені, як передуючі словом "біля", навіть якщо слово явно не вказане. Множина включає єдине і навпаки. Наприклад, хоча в описі посилання дано на плівкоутворюючий полімер, ітрій, силан, комбінація (велике число) цих компонентів може бути використано в даному винаході. Відповідно до використання в описі "велике число" означає два або більше.

Відповідно використання в описі "включає" і подібні терміни означають "включає без обмеження".

При посиланні на будь-який числовий діапазон величин, слід розуміти, що такі діапазони включають усе і кожне число і/або частину між вказаним мінімумом і максимумом діапазону.

Відповідно використання в описі "молекулярна маса" означає середньомасову молекулярну масу (M_w) визначену гелепроникаючою хроматографією.

Відповідно використання в описі терміну "затвердіння" відноситься до покриття, в якому будь-які зшивані компоненти композиції щонайменше частково зшиті. У певних здійсненнях щільність зшивання зшиваних компонентів (тобто, міра зшивання) складає 5-100 %, наприклад, 35-85 % або, в деяких випадках, 50-85 % повного зшивання. Фахівцям в цій галузі техніки повинно бути ясно, що наявність і міра зшивання, тобто щільність зшивання можуть бути визначені різними методами, таким як динамічний механічний термічний аналіз (DMTA) з використанням Polymer Laboratories MK III DMTA, що проводиться в атмосфері азоту.

55 Посилання на будь-які мономер(и) в описі відноситься в основному до мономера, який може полімеризуватися з іншою сполукою, що полімеризується, такою як інший мономер або полімер. Якщо не обумовлене інше, слід розуміти, що з моменту взаємодії мономерів один з одним для утворення сполуки, сполука включатиме залишки компонентів мономера.

Композиція електроосаджуваного покриття

60 Даний винахід відноситься до композиції покриття, що включає (i) полімер, (ii) ітрій і (iii)

силан, який не містить ненасиченої за типом етилену подвійного зв'язку. У певних здійсненнях композиція покриття включає аміносилан, в якому можуть бути присутніми або можуть бути відсутніми ненасичені за типом етилену подвійні зв'язки. У деяких здійсненнях, коли плівкоутворюючий полімер включає реакційноздатну функціональну групу, композиція покриття

5 додатково включає (iv) отверджувач, який являється реакційноздатним по відношенню до реакційноздатної функціональної групи плівкоутворюючого полімеру.

Широка різноманітність плівкоутворюючих полімерів відомого рівня техніки може бути використана в якості компонента (i), у разі, якщо полімери є такими, що "диспергують у воді". Відповідно до використання в описі, що "диспергує у воді" означає, що матеріал придатний для

10 розчинення, диспергування і/або емульгування у воді. Плівкоутворюючі полімери, використовувані в даному винаході, за природою є іонними. Відповідно, в деяких здійсненнях плівкоутворюючий полімер є катіонним. Іншими словами, плівкоутворюючий полімер включає катіонні сольові групи, що зазвичай отримуються нейтралізацією функціональної групи плівкоутворюючого полімеру кислотою, що дозволяє електроосаджувати плівкоутворюючий

15 полімер на катоді.

Приклади плівкоутворюючих полімерів, відповідних для використання в катіонних композиціях електроосаджуваних покриттів, включають хоча не обмежені ними, катіонні полімери, отримані з поліепоксиду, акрилової сполуки, поліуретану і/або поліефіру. У певних здійсненнях плівкоутворюючий полімер включає реакційноздатні функціональні групи.

20 Відповідно до використання в описі виразу "реакційноздатна функціональна група" означає гідроксил, карбоксил, карбамат, епоксид, ізоціанат, ацетон, ацетат, сіль аміну, меркаптан або їх комбінації. Слід зазначити, що в деяких здійсненнях, плівкоутворюючий полімер є сополімером вище перелічених полімерів. У деяких здійсненнях катіонний полімер може бути отриманий реакцією поліепоксидвмісного полімеру з катіонотворюючою сольовою групою. Відповідно до

25 використання в описі "катіонна солетвірна група", означає матеріал, який являється реакційноздатним по відношенню до епоксидних груп і який може підкисляти до, в ході або після реакції з епоксидними групами для утворення катіонних сольових груп. Відповідні матеріали, які можуть бути використані в якості катіонної солетвірної групи, включають аміни, такі як первинні або вторинні аміни, які можуть підкисляти після реакції з епоксидними групами для утворення солей

30 аміногруп, або третинні аміни, які можуть підкисляти до реакції з епоксидними групами і які після реакції з епоксидними групами утворюють солі четвертинного амонію. Прикладами іншої катіонної солетвірної групи є сульфідні, які можуть бути змішані з кислотою до реакції з епоксидними групами і можуть утворювати солі третинного сульфонію після подальшої реакції з епоксидними групами.

У певних здійсненнях плівкоутворюючий полімер, який використовується в даному винаході, включає продукт реакції сполуки з епоксидною функціональною групою (наприклад, EPON 880) і

35 матеріалу, що містить фенольну гідроксильну групу, такого як бісфенол А, який є багатоатомним фенолом. У деяких здійсненнях вищезгаданий плівкоутворюючий полімер може реагувати з аміном, таким як амінопропілдіетаноламін (APDEA) і диметиламінопропіламін (DMAPA), щоб зробити плівкоутворюючий полімер таким, що диспергується у воді. У певних

40 здійсненнях кетимін може реагувати з основним ланцюгом плівкоутворюючого полімеру, утворюючи таким чином кетимінові відгалуження, які розширюють бічні ланцюги основного ланцюга. Коли полімер диспергується в суміші вода/кислота, кетимінові відгалуження будуть гідролізувати і формувати первинні аміни. Відповідно, в деяких здійсненнях, композиції електроосаджуваного покриття, які розкриті в US 5 633 297, 5 820 987 і/або 5 936 012 можуть

45 бути використані в даному винаході.

Різні інгібітори корозії можуть бути використані в якості компонента (ii) в даному винаході. Відповідні інгібітори корозії включають, хоча не обмежені або рідкоземельні метали, вісмут, мідь, цинк, срібло, цирконій або їх комбінації. У певних здійсненнях сполука ітрію може бути використана як інгібітор корозії. Різні сполуки ітрію можуть бути використані як компонент (и) в

50 даному винаході. Наприклад, сполуки ітрію можуть включати, хоча не обмежені або форми ітрію, ацетат ітрію, лактат ітрію, сульфат ітрію, метансульфонат ітрію або їх комбінації. У деяких здійсненнях ітрію складає $\leq 5\%$ мас. загальної твердої речовини смоли композиції електроосаджуваного покриття. У інших здійсненнях ітрію складає $\geq 0,15\%$ мас. загальної твердої речовини смоли композиції електроосаджуваного покриття. У певних здійсненнях кількість ітрію може складати будь-яку величину, що знаходиться у вказаному інтервалі, включаючи вказані величини. Наприклад, в певних здійсненнях, кількість ітрію може складати

55 $0,20\text{--}2\%$ мас. загальної твердої речовини смоли композиції електроосаджуваного покриття.

У даному винаході силан, який не містить ненасиченого за типом етилену подвійного зв'язку, зазвичай використовується як компонент (iii). Проте в певних здійсненнях аміносилан, в якому є присутнім або відсутнім ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок, може бути

60

використаний в даному винаході. Відповідно до використання в описі "ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок" означає подвійний зв'язок вуглець-вуглець. У певних здійсненнях силан може містити функціональну групу, наприклад, гідроксил, карбамат, епоксид, ізоціанат, амін, сіль аміну, меркаптан або їх комбінації, хоча функціональні групи не обмежені ними.

Відповідні силани, які можуть бути використані в даному винаході, включають, хоча не обмежені ними, аminosилан, меркаптосилан або їх комбінації. У деяких здійсненнях силан може бути сумішшю аminosилану і іншого матеріалу, такого як вінілтриацетоксисилан. Відповідно, в певних здійсненнях композиція електроосаджуваного покриття може включати силан, який містить ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок на додаток до силану, який не містить ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок.

Якщо (i) плівкоутворюючий полімер включає реакційноздатні функціональні групи, такі як описані вище, то композиція електроосаджуваного покриття може додатково включати (iv) зшиваючий агент ("отверджувач"), який являється реакційноздатним по відношенню до реакційноздатних функціональних груп полімеру. Відповідні зшиваючі агенти включають, хоча не обмежені ними, амінопласти, поліізоціанати (включаючи блоковані ізоціанати), поліепоксида, бета-гідроксиалкіламіди, полікислоти, ангідриди, металоорганічні матеріали з кислотною функціональною групою, поліаміни, поліаміди, циклічні карбонати, силосани або їх комбінації. У деяких здійсненнях отверджувач може складати 30-40 % мас. загальної кількості твердої речовини смоли композиції покриття.

У певних здійсненнях композиція електроосаджуваного покриття може додатково включати (v) каталізатор затвердіння, який може бути використаний для каталізу реакції між зшиваючим агентом і реакційноздатними функціональними групами плівкоутворюючого полімеру. Відповідні каталізатори затвердіння, які можуть бути використані як компонент (v), включають, хоча не обмежені ними, оловоорганічні сполуки (наприклад, оксид дибутилолова, оксид диоктілолова) і їх солі (наприклад, діацетат дибутилолова); інші оксиди металів (наприклад, оксиди церію, цирконію і/або вісмуту) і їх солі (наприклад, сульфамат вісмуту і/або лактат вісмуту), біциклічний гуанідин (як розкрито в US 11/835,600), або їх комбінації.

У деяких здійсненнях після нанесення композиції електроосаджуваного покриття на основу і затвердіння величина тиску порушення адгезії композиції електроосаджуваного покриття складає ≥ 500 фунтів на квадратний дюйм, наприклад, 550-1000 фунтів на кв.дюйм при застосуванні методу PATTI (Pneumatic Adhesion Tensile Testing Instruments) випробування адгезії. Метод випробування PATTI є двохстадійним процесом. На першій стадії основу, з нанесеною затверділою композицією електроосаджуваного покриття, адгезійні властивості якого необхідно перевірити, поміщають в камеру QCT-MB (комерційно Q, що постачається, - Panel Lab Products) і піддають дії вологи, що конденсується, при температурі 60 °C впродовж 16 годин. Потім основу витягають і увесь конденсат з поверхонь покриття видаляють з використанням тканини. Потім адгезійні властивості затверділої електроосаджуваної композиції покриття вимірюють з використанням Elcometer PATTI 110 аналізатора адгезії (комерційно Elcometer, що постачається, Inc). Метод починається з використанням адгезиву 3M SCOTCHWELD DP-460 для приклеювання алюмінієвого натяжного стержня діаметром $\frac{1}{2}$ дюйма (комерційно Elcometer, що постачаються, Inc) до поверхні затверділої композиції електроосаджуваного покриття (поверхня, на яку наносять алюмінієві натяжні стержні, має бути злегка зачищена і потім очищена KIMWIPES, з подальшим протиранням водою, потім ізопропанолом). Плунжер Elcometer PATTI 110 аналізатора адгезії прикріплюють до алюмінієвого натяжного стержня і докладають розтягуюче зусилля до стержня з використанням аналізатора адгезії. Розтягуюче зусилля збільшують до досягнення порушення адгезії затверділої композиції електроосаджуваного покриття. Величина зусилля, необхідного для порушення адгезії ("величина тиску порушення адгезії"), потім може бути обчислена з використанням відповідних перевідних таблиць, які постачаються з Elcometer PATTI 110 аналізатором адгезії. Відповідно до використання в описі "величина тиску порушення адгезії", яка вимірюється у фунтах на квадратний дюйм, являється величиною зусилля, необхідного для того, щоб викликати втрату адгезії шару покриття до основи.

У певних здійсненнях, при порівнянні композиції електроосаджуваного покриття, описаної у винаході, з композицією електроосаджуваного покриття, яка не містить силану і інгібітору корозії (звичайна композиція електроосаджуваного покриття), тиск порушення адгезії композиції електроосаджуваного покриття перевищуватиме тиск порушення адгезії звичайної композиції електроосаджуваного покриття на ≥ 100 фунтів на квадратний дюйм при визначенні PATTI методом випробування адгезії.

Композиція електроосаджуваного покриття, розкрита в описі, зазвичай постачається у вигляді двох компонентів: (1) основний компонент ("прозора початкова смола") і (2) розмолотий

компонент ("пігментна паста"). Зазвичай (1) основний компонент включає (а) плівкоутворюючий полімер ("смола з іонною сольовою групою, що містить активний водень"), (b) зшиваючий агент, і (с) будь-які додаткові непігментні компоненти диспергують у воді (наприклад, каталізатори, стерично ускладнені аміни в якості світлостабілізаторів). Зазвичай (2) розмолотий компонент

5 включає (d), один або більше пігментів (наприклад, діоксид титану, газова сажа), (е) розмолоту смолу, що диспергує у воді, яка може бути тією ж або відмінною від плівкоутворюючого полімеру і необов'язково (f) добавки, такі як каталізатори, антиоксиданти, біоциди, піногасники, поверхнево-активні речовини, змочуючі агенти, диспергатори, глини, світлостабілізатори із стерично ускладнених амінів, поглиначі і стабілізатори УФ світла або їх комбінації. Ванна

10 електроосадження, яка містить композицію електроосаджуваного покриття даного винаходу, може бути приготовлена диспергуванням компонентів (1) і (2) у водному середовищі, яке включає воду і зазвичай коалесціюючі розчинники. (ii) Ітрій і/або (iii) силан, які використовуються в композиції електроосаджуваного покриття даного винаходу, можуть бути включені в основний компонент, розмолотий компонент або додані у ванну, яка приготовлена з компонентами (1) і

15 (2). Альтернативно, компоненти (1) і (2) також можуть бути поставлені у вигляді одного компонента.

Основа з системою покриття

Композиція електроосаджуваного покриття, описана в заявці, може бути нанесена індивідуально або нанесена як частину системи покриттів, яка може бути нанесена на безліч

20 різних підкладок. Система покриття зазвичай включає декілька шарів покриття. Шар покриття зазвичай утворюється, коли композиція покриття, нанесена на основу, по суті отверджена способами відомого рівня техніки (наприклад, нагріванням).

Відповідні основи, на які може бути нанесена композиція електроосаджуваного покриття даного винаходу, включають, хоча не обмежені ними, металеві основи, основи з металевих сплавів і/або металізовані основи, такі як пластмаса, покрита металевим нікелем. У деяких

25 здійсненнях метал або сплав металів може бути алюмінієм і/або сталлю. Наприклад, сталеві основи можуть бути холоднокатаною сталлю, оцинкованою сталлю, і сталлю гарячого цинкування. Крім того, в деяких здійсненнях, основа може складати частину транспортного засобу, такого як кузов (наприклад, такий як, двері, панель кузова, кришка багажника, панель

30 даху, капот і/або дах) і/або автомобільна рама. Відповідно до використання в описі "транспортний засіб" або його модифікації включають, але не обмежені ними, цивільні, комерційні, і військові наземні транспортні засоби, такі як автомобілі, мотоцикли і вантажівки. Також слід розуміти, що в деяких здійсненнях основа може бути заздалегідь оброблена розчином попередньої обробки, таким як розчин фосфату цинку, як описано в US 4,793,867 і

35 5,588,989. Альтернативно в інших здійсненнях, основу заздалегідь не обробляють розчином попередньої обробки до нанесення на основу композиції покриття, описаної у винаході.

У певних здійсненнях композицію електроосаджуваного покриття даного винаходу наносять на чисту (тобто заздалегідь не оброблену), основу. Проте в деяких здійсненнях композиція електроосаджуваного покриття даного винаходу може бути нанесена на заздалегідь оброблену

40 основу. Після затвердіння композиції електроосаджуваного покриття щонайменше на частину композиції електроосаджуваного покриття наносять композицію ґрунту-шпаклівки. Композицію ґрунт-шпаклівка зазвичай наносять на шар електроосаджуваного покриття і отверджують до подальшого нанесення композиції покриття на композицію ґрунт-шпаклівка.

Шар ґрунт-шпаклівка, який виходить з композиції ґрунт-шпаклівка служить для збільшення

45 стійкості до відшарування системи покриття, а також для поліпшення зовнішнього вигляду шарів (наприклад, композиція покриття надає колір і/або по суті прозора композиція покриття), що наносяться згодом. Відповідно до використання в описі термін "ґрунт-шпаклівка" відноситься до композиції ґрунтовки для використання під композиції покриття, що наносяться далі, і включає такі матеріали як термопластичні і/або зшиті (наприклад, термоосаджувані) плівкоутворюючі

50 смоли, звичайні композиції органічних покриттів відомого рівня техніки. Відповідні композиції ґрунтовки і ґрунт-шпаклівка включають ґрунтовки, що наносяться розпиленням, як відомо фахівцям в цій галузі техніки. Приклади відповідних ґрунтовок включають деякі, PPG Industries, що постачаються, Inc, Pittsburgh, Pa, такі як DPX-1791, DPX-1804, DSPX-1537, GPXH-5379, OPP-2645, PCV-70118 і 1177-225A. Інша відповідна композиція ґрунт-шпаклівки, яка може бути

55 використана в даному винаході, являється ґрунт-шпаклівкою, описаною в US 11/773,482, яка включена в опис повністю посиланням.

Слід зазначити, що в деяких здійсненнях, композиція ґрунт-шпаклівка не використовується в системі покриття. У зв'язку з цим, композиція ґрунтовки, що надає колір, може бути нанесена

60 безпосередньо на затверділу композицію електроосаджуваного покриття.

У деяких здійсненнях композицію покриття, що надає колір (далі "ґрунтовка"), наносять

щонайменше на частину шару покриття ґрунт-шпаклівка (якщо він є присутнім). Будь-яка композиція покриття ґрунтовки відомого рівня техніки може бути використана в даному винаході. Слід зазначити, що ці композиції покриття ґрунтовки зазвичай включають барвник.

У певних здійсненнях композицію по суті прозорого покриття (далі "прозоре покриття") наносять щонайменше на частину шару покриття ґрунтовки. Відповідно до використання в описі "по суті прозорий" шар покриття є по суті прозорим і не матовим. У певних здійсненнях композиція по суті прозорого покриття може включати барвник, але не в такій кількості, щоб перетворити композицію прозорого покриття на матове (по суті непрозоре) після його затвердіння. Будь-яка композиція прозорого покриття відомого рівня техніки може бути використана в даному винаході. Наприклад, композиція прозорого покриття, яка описана в US 5,989,642, 6,245,855, 6,387,519 і 7,005,472, які включені в усій їх повноті в опис посиланням, може бути використана в системі покриття. У певних здійсненнях композиція по суті прозорого покриття також може включати частки, такі як частки діоксиду кремнію, які диспергують в композиції прозорого покриття (наприклад, на поверхні композиції прозорого покриття після затвердіння).

Одна або більше композицій покриття, описані у винаході, можуть включати барвники і/або інші додаткові матеріали розроблених рецептур поверхневих покриттів відомого рівня техніки. Відповідно до використання в описі термін "барвник" означає будь-яку речовину, яка надає композиції колір і/або іншу матовість і/або інший візуальний ефект. Барвник може бути доданий до покриття у будь-якій відповідній формі, такий як дискретні частки, дисперсії, розчини і/або лусочки (наприклад, алюмінієві лусочки). Єдиний барвник або суміш двох або більше барвників можуть бути використані в композиції покриття, описаній у винаході.

Приклади барвників включають пігменти, фарби і камери, такі як використовуються в промисловості барвників і/або перераховані Асоціацією виробників сухих барвників (DCMA), так само як композиції для спеціальних ефектів. Барвник може включати, наприклад, тонко подрібнений твердий порошок, який є нерозчинним, але змоченим в умовах використання. Барвник може бути органічним або неорганічним і може бути агломерованим або неагломерованим. Барвники можуть бути включені в покриття з використанням розмолотого компонента, наприклад, акриловий розмолотий компонент, використання якого відоме фахівцям в цій галузі техніки.

Приклади пігментів і/або композиції пігменту включають, але не обмежені карбазол діоксазин сірий пігмент, азо, моноазо, дисазо, нафтол AS, сольового типу (лаки), бензимидазолон, конденсаційний, комплекс металу, ізоіндолінон, ізоіндолін і поліциклічний фталоцианін, хінакрідон, перилен, перинон, дикетопіроло пірол, тіоіндиго, антрахінон, індантрон, антрапіримідин, флавантро, пірантрон, антантрон, діоксазин, триалікарбонний, хінофталонові пігменти, дикетопіролопірол червоний ("DPPBO, червоний"), діоксид титану, газова сажа і їх суміші. Терміни "пігмент" і "забарвлений наповнювач" можуть бути використані взаємозамінно.

Приклади фарб включають, але не обмежені, фарбами на основі розчинника і/або води, такі як фтало зелений або синій, оксид заліза, ванадат вісмуту, антрахінон, перилен, алюміній і хінакрідон.

Приклади кольорів включають, але не обмежені, пігментами, що диспергують в носії на водній основі або що змішується з водою, таким як AQUA-CHEM 896 комерційно Degussa, що постачаються, Inc., CHARISMA COLORANTS і MAXITONER INDUSTRIAL COLORANTS, що комерційно постачаються відділенням Accurate Dispersions Eastman Chemical, Inc.

Як вказано вище, барвник може знаходитися у формі дисперсії, включаючи, але не обмежуючись, дисперсією наночасток. Дисперсія наночасток може включати високодисперсні наночастки одного або більшої кількості барвників і/або частки барвника, які справляють необхідне візуальне враження кольорове і/або ефект матовості. Дисперсія наночасток може включати барвники, такі як пігменти або фарби з розміром часток менше 150 нм, наприклад, менше 70 нм або менше 30 нм. Наночастки можуть бути отримані помелом органічних або неорганічних пігментів абразивним середовищем з розміром часток менше 0,5 мм. Приклад дисперсій наночасток і способи їх виготовлення розкриті в US 6,875,800, який включений в опис посиланням. Дисперсія наночасток також може бути отримана кристалізацією, осадженням, конденсацією з газової фази і хімічним, труєнням (тобто, частковим розчиненням). Щоб мінімізувати повторну агломерацію наночасток в покритті, може бути використана дисперсія наночасток, покритих смолою. Відповідно до використання в описі "дисперсія наночасток, покритих смолою" відноситься до безперервної фази, в якій диспергуються дискретні "композитні мікрочастки", які включають наночастки і покриття смоли на наночастках. Приклад дисперсій наночасток, покритих смолою, і способів їх виготовлення розкритий в US 2005-

0287348, поданий 24 червня 2004, US 60/482,167, поданий 24 червня 2003 і US 11/337,062, поданий 20 січня 2006, яка також включена в опис посиланням.

Приклади композицій, що створюють спеціальні ефекти, які можуть бути використані, включають пігменти і/або композиції, які створюють один або більше візуальних ефектів, таких як відображення, перламутровий ефект, металевий блиск, фосфоресценція, флюоресценція, фотохромізм, фоточутливість, термохромізм, гоніохромізм і/або зміна кольору. Композиції створюючи додаткові спеціальні ефекти можуть забезпечити інші видимі властивості, такі як непрозорість або текстура. У не обмежуючому здійсненні композиції створюючи спеціальні ефекти можуть призводити до зміни кольору, так що колір покриття змінюється, коли покриття розглядається під різними кутами. Приклади композицій, що створюють колірні ефекти, розкриті в US 6,894,086, включеному в опис посиланням. Композиції створюючи додаткові колірні ефекти можуть включати прозору покрити слюду і/або синтетичну слюду, покритий діоксид кремнію, покритий оксид алюмінію, прозорий рідкокристалічний пігмент, рідкокристалічне покриття, і/або будь-яку композицію, в якій інтерференція є результатом різниці коефіцієнта заломлення в матеріалі, а не різниці коефіцієнта заломлення між поверхнею матеріалу і повітрям.

У певних не обмежуючих здійсненнях фоточутлива композиція і/або фотохромна композиція, які оборотно змінюють свій колір при освітленні одним або великою кількістю джерел світла, можуть бути використані в композиції покриття, описаній у винаході. Фотохромні і/або фоточутливі композиції можуть бути активовані опроміненням заданою довжиною хвилі. При збудженні композиції змінюється молекулярна структура і змінена структура має новий колір, який відрізняється від початкового кольору композиції. При припиненні опромінення, фотохромна і/або фоточутлива композиція може повернутися в стан спокою, в якому повертається початковий колір композиції. У одному не обмежуючому здійсненні фотохромна і/або фоточутлива композиція може бути безбарвною в незбудженому стані і забарвленою у збудженому стані. Повна зміна кольору може проходити за від мілісекунди до декількох хвилин, наприклад, 20-60 секунд. Приклад фотохромних і/або фоточутливих композицій включає фотохромні фарби.

У необмежуючому здійсненні фоточутлива і/або фотохромна композиція можуть бути пов'язані і/або щонайменше частково пов'язані, наприклад, ковалентним зв'язком з полімером і/або полімерними матеріалами компонента, що полімеризується. На відміну від деяких покриттів, в яких фоточутлива композиція може мігрувати з покриття і кристалізуватися на підкладці, фоточутлива і/або фотохромна композиція, пов'язана і/або щонайменше частково пов'язана з полімером і/або компонентом, що полімеризується, відповідно до не обмежуючого здійснення даного винаходу, мінімально переміщується з покриття. Приклад фоточутливих і/або фотохромних композицій і способи їх виготовлення розкриті в US 10/892,919, поданий 16 липня 2004.

В основному барвник може бути присутнім у будь-якій кількості, достатній для надання необхідного візуального і/або колірного ефекту. Барвник може складати 1-65 % мас. даної композиції, наприклад, 3-40 % мас. чи 5-35 % мас., відносно загальної маси композиції.

Композиції покриття можуть включати інші необов'язкові матеріали розроблених рецептур поверхневих покриттів, такі як пластифікатори, антиоксиданти, світлостабілізатори із стерично ускладнених амінів, поглиначі і стабілізатори УФ світла, поверхнево-активні речовини, засіб контролю плинності, тиксотропні регулятори, такі як бентонітова глина, пігменти, наповнювачі, органічні спільні розчинники, каталізатори, включаючи фосфонові кислоти і інші загальноприйняті допоміжні речовини.

На додаток до матеріалів, описаних вище, композиція покриття також може включати органічний розчинник. Відповідні органічні розчинники, які можуть бути використані в композиції покриття, включають будь-який з перерахованих в попередніх параграфах так само як бутилацетат, ксилол, метилетилкетон або їх комбінації.

Слід розуміти, що одна або більше композицій покриття, які утворюють різні шари покриття, описані у винаході, можуть бути або "однокомпонентною" ("1K") ", двокомпонентною" ("2K"), або навіть багатокомпонентною композицією. Слід розуміти, що 1K композиція відноситься до композицій, в якій усі компоненти покриття містяться в одному контейнері після виготовлення, під час зберігання, і т. д. Слід розуміти, що 2K або багатокомпонентна композиція відносяться до композицій, в якій різні компоненти містяться окремо тільки до застосування. Композиція покриття 1K або 2K може бути нанесена на основу і затверділа будь-якими звичайними засобами, такими як нагрів, стисле повітря, тощо.

Композиції покриття, які формують різні шари покриття, описані у винаході, можуть бути нанесені на основу з використанням будь-яких способів відомого рівня техніки. Наприклад, композиції покриття можуть бути нанесені на основу будь-яким з багатьох способів, включаючи,

без обмеження серед інших способів, розпилення, нанесення щіткою, занурення і/або нанесення валиком. Коли декілька композицій покриття нанесені на основу, слід зазначити, що одна композиція покриття може бути нанесена щонайменше на частину основної композиції покриття або після затвердіння композиції основного покриття або до затвердіння композиції основного покриття. Якщо композицію покриття наносять на композицію основного покриття, яка не була затверділа, обидві композиції покриття можуть бути затверділі одночасно.

Композиції покриття можуть бути затверділі з використанням будь-яких способів відомого рівня техніки, наприклад, без обмеження ними тепловою енергією, інфрачервоним, іонізуючим або актинічним опроміненням, або будь-якою їх комбінацією. У певних здійсненнях операція затвердіння може бути виконана при температурах $\geq 10^{\circ}\text{C}$. У інших здійсненнях операція затвердіння може бути виконана при температурі $\leq 246^{\circ}\text{C}$. У певних здійсненнях операція затвердіння може бути виконана при температурах, що знаходяться у вищезгаданому інтервалі значень, включаючи вказані значення. Наприклад, операція затвердіння може бути виконана при температурах $120\text{--}150^{\circ}\text{C}$. Проте слід зазначити, що нижчі або більш вищі температури можуть бути використані при необхідності для активації механізмів затвердіння.

У певних здійсненнях, одна або більше композицій покриття, описаних у винаході, є низькотемпературними, затвердіваючими у вологих умовах композиціями покриття. Відповідно до використання в описі термін "низькотемпературна, затвердіваюча у вологих умовах" відноситься до композиції покриття, яка, після нанесення на основу, здатна до затвердіння у присутності навколишнього повітря, повітря з відносною вологістю $10\text{--}100\%$, наприклад, $25\text{--}80\%$, і температурі в діапазоні $-10\text{--}120^{\circ}\text{C}$, наприклад, $5\text{--}80^{\circ}\text{C}$, в деяких випадках $10\text{--}60^{\circ}\text{C}$ і в інших випадках $15\text{--}40^{\circ}\text{C}$.

Товщина шарів плівки покриття, описаних у винаході, може складати $0,1\text{--}500$ мікрон. У інших здійсненнях товщина сухої плівки може бути ≤ 125 мікрон, наприклад, ≤ 80 мікрон. Наприклад, товщина сухої плівки може складати $15\text{--}60$ мікрон.

Хоча певні здійснення винаходу описані детально, фахівцям в цій галузі техніки повинно бути ясно, що різні модифікації і альтернативи цих деталей могли б бути розвинені у світлі повного об'єму розкриття. Відповідно, певні розкриті структури призначаються тільки для ілюстрації і не обмежують ані об'єм домагань винаходу, приведений в усій повноті формулою винаходу, що додається, ані усі її еквіваленти.

Приклади

Приклад А

Катіонна смола А: катіонну смолу готують з суміші наступних компонентів:

$1039,8$ г зшиваючого агента 1 (див. опис нижче), $55,0$ г Масол 98 В (бісфенол А-6 етиленоксидполіол, що постачається BASF Corporation), $69,6$ г монобутиловий ефір диетиленглікольформалю, $528,7$ г Епон 828 (епоксидна смола, що постачається Resolution Performance Products), $203,9$ г бісфенолу А і $0,18$ г Tetronic 150R1 (що постачається BASF Corporation), завантажують в 4-горлу круглодонну колбу, забезпечену мішалкою, датчиком температури, N_2 атмосферою і пасткою Діна-старка. Суміш нагрівають до 75°C і додають $34,7$ г диетаноламіну. Суміш нагрівають до $\sim 80^{\circ}\text{C}$ і витримують впродовж 30 хвилин після додавання диетаноламіну. Додають $80,3$ г амінопропілдиетаноламіну, температуру встановлюють рівною 132°C і потім суміш витримують при цій температурі впродовж 2 годин, збираючи близько 30 г розчинника в пастці Діна-старка. 1680 г цієї суміші виливають в суміш $30,5$ г сульфамінової кислоти, 1181 г дейонізованої води, $1,15$ г 88% молочної кислоти і $66,3$ г додаткової смоли 1 (опис нижче). Суміш перемішують впродовж 30 хвилин. 1183 г дейонізованої води додають і змішують в колбі. Додають 1000 г дейонізованої води і змішують у колбі. Розчинник і воду видаляють вакуумною дистиляцією, вміст твердої речовини у водній дисперсії, що виходить, доводять до 39% . Вміст метилізобутилкетону в дисперсії складає менше $0,2\%$.

Зшиваючий агент 1 готують додаванням 1320 г (10 екв.) Desmodur LS 2096 (ізоціанат MDI типу, що постачається Bayer Corporation) до суміші 92 г етанолу, 456 г пропіленгліколю, 740 г Масол 98 В (см вище) і 486 г монобутилового ефіру диетиленглікольформалю, і 93 г метилізобутилкетону. 68 г метилізобутилкетону використовують для промивання ізоціанату. Температурі дозволяють підвищитися до 115°C , і суміш витримують доки інфрачервоний спектр не вказує на відсутність ізоціанату.

Опис додаткової смоли 1

1	MAZEEN 355 701	1423,49
2	Оцтова кислота	15,12
3	Дилаурат дибутилолова	1,52
4	Толуолдиізоціанат 80/20	200,50
5	Сульфамінова кислота	79,73
6	Дейонізована H ₂ O	1623,68
7	Дейонізована H ₂ O	766,89

¹ Діол з функціональною аміногрупою з еквівалентною вагою аміну 1131, що постачається BASF Corporation

- 5 Компоненти 1 і 2 завантажують в 4-горлу круглодонну колбу, забезпечену мішалкою, датчиком температури, N₂ атмосферою, і змішують впродовж 10 хвилин. Додають компонент 3 і потім завантажують компонент 4 близько 1 години, дозволяючи розігрітися реакційній суміші до максимальної температури 100 °С. Потім суміш витримують при 100 °С, поки інфрачервоний спектр не вказує на відсутність ізоціанату (близько 1 година). 1395 г реакційної суміші
- 10 заливають в суміш компонентів 5 і 6 і змішують впродовж 1 години. Потім компонент 7 додають близько 1 години і змішують протягом близько 1 години. Вміст твердої речовини у водному розчині, що виходить, складає близько 36 %.

Приклад В

Катіонна Смола В: катіонну смолу готують з суміші наступних компонентів:

15

	Матеріал	Вага (грами)
1	Бутилкарбітолформаль ¹	81,2
2	ерон 828 ²	755,3
3	Бісфенол А	317,3
4	Tetronic 150R ³	0,23
5	амінопропілдіетаноламін ⁴	92,8
6	діетаноламін	59,5
7	моноетаноламін	5,76
8	метилізобутилкетон (mibk)	10,1
9	метоксипропанол	30,2
10	ерон 828	23,8
11	Зшиваючий агент блокований ізоціанат ⁵	1083
	Розчинення (г смоли)	2040
12	Сульфамінова кислота	89
	Деіонізована вода	368,3
	Триоксид ітрію	18,5
	Деіонізована вода	4433
		10264

¹ BASF Corp, що постачається. як Mazon 1651

² Епоксидна смола, що постачається Hexion Specialty Chemicals

³ постачається BASF Corp.

20

⁴ постачається Air Products Corp.

⁵ Продукт реакції 10 еквівалентів Desmodur LS 2096 (Bayer Corp.) з 2 моль етанолу, 7 моль пропіленгліколю і 1 моль Macol 98B (адукт бісфенол етиленоксид молекулярної маси 500, BASF Corp.) у вигляді розчину

25

Процедура: Компоненти 1, 2, 3 і 4 завантажують в 4-горлу круглодонну колбу, забезпечену мішалкою, датчиком температури, N₂ атмосферою і пасткою Діна-старка і нагрівають до 70 °С і витримують при змішуванні впродовж 15 хвилин. Нагрівання припиняють і додають компоненти 5, 6 і 7 (змішаний). Суміш реакції нагрівається до максимуму 176 °С після близько 10 хвилин. Повільно додають компоненти 8 і 9 (змішаний) 15 хвилин після піку екзотермічної температури і суміші дозволяють охолотитися до 145 °С і витримують при цій температурі протягом в цілому 2 години від піку екзотермічною температурою. Потім додають компоненти 10 і 11 і суміш доводять до 110 °С. 2040 г реакційної суміші заливають при енергійному перемішуванні в розчин компонентів 12, 13 і 14, який готують заздалегідь нагріванням і перемішуванням суміші

30

12, 13 і 14 до 60 °C впродовж 30 хвилин, потім охолодженням до 50 °C. Дисперсію смоли змішують протягом близько 1 години. Компонент 15 повільно додають з перемішуванням. Певний вміст твердої речовини в кінцевій водній дисперсії складає 20 %.

Приклад С

5 Розмолота смола: Цей приклад описує отримання солі четвертинного амонію, що містить смолу з розмолотим пігментом. Приклад С-1 описує отримання амінокислоти, що утворює четвертинні солі, і Приклад С, - 2 описує отримання полімеру, що містить епоксидну групу, який потім перетворений на четвертинну сіль сіллю амінокислоти прикладу С-1.

10 С-1 Сіль амінокислоти, що утворює четвертинні солі, готують з використанням наступної процедури:

#	Матеріал	Частини
1	Диметилетаноламін	445
2	RAPI 290, постачається.Dow Chemical Co	660
3	Бутил карбітолформаль, що постачається BASF Corp.	22.1
4	88 % водна молочна кислота	512
5	Деіонізована вода (DI)	2136,11

15 Матеріал 1 завантажують у відповідно обладнану 5-літрову колбу. Потім матеріал 2 завантажують при помірному перемішуванні за період 1,5 годин, з подальшим змиванням матеріалу 3. Під час цього додавання реакційної суміші дозволяють нагрітися до температури близько 89 °C і витримують при цій температурі протягом близько 1 години до завершення реакції ізоціанату за визначенням інфрачервоною спектроскопією. Потім матеріал 4 додають за період 25 хвилин з подальшим додаванням матеріалу 5. Температуру реакції підтримують близько 80 °C протягом близько 6 годин до отримання кислотного числа, що встановилося, 70,6.

20 С-2 Полімер, що містить сольову групу четвертинного амонію, готують з використанням наступної процедури.

#	Матеріал	Частини
1	Дигліцидиловий ефір бісфенолу, Resolution Chemical Co, що постачається. як Епон 828	528,8
2	Бісфенол А	224,9
3	Бутилкарбітолформаль	83,7
4	Йодид етилтрифенілфосфонію	0,5
5	Бутилкарбітолформаль	164,9
6	Амінокислота, що утворює четвертинну сіль В-1	418,4
7	Вода DI	1428,1
8	Бутилкарбітолформаль	334,7

25 Матеріал 1 завантажують у відповідно обладнану 5-літрову колбу. Потім додають матеріал 2 з подальшим додаванням матеріалу 3 і матеріалу 4. Реакційну суміш нагрівають до близько 140 °C, дозволяють нагрітися до близько 180 °C, потім охолоджують до близько 160 °C і витримують при цій температурі протягом близько 1 години. У цей момент еквівалентна вага епоксидної групи полімерного продукту складає 982,9. Потім реакційну суміш охолоджують до температури близько 130 °C., при якій додають матеріал 5, і температуру знижують до близько 95-100 °C, з подальшим додаванням матеріалу 6, амінокислоту, що утворює четвертинну сіль 6-1, впродовж 15 хвилин і з подальшим додаванням близько 1428,1 частин мас. дейонізованої води. Температуру реакції підтримують рівною близько 80 °C протягом близько 6 годин до зниження кислотного числа продукту реакції менше 1,0. Отриману смолу з розмолотим пігментом, що містить сольову групу четвертинного амонію, додатково розбавляють 334,7 частин мас. розчинника бутилкарбітолформалю.

Приклад D

Пігментна паста: Цей приклад описує отримання пігментної пасти, відповідної для використання в композиціях ванни електроосадження даного винаходу.

40 Пігментну пасту готують з наступними компонентами:

Вага (грами)	Матеріал
988,1	Смола з розмолотим пігментом, що містить сольову групу четвертинного амонію прикладу С
518,2	Паста каталізатора ¹
50,3	Surfynol GA ЛІГШИ від Air Products & Chemicals Inc.
24,4	Ефір Моногексилу етилгліколю від BASF Corp.
24,4	N -Бутоксипропанол від Dow Chemical Co.
13,0	Газова сажа, що постачається Printex 200
389,0	Алюмосилікатна глина, що постачається BASF Catalyst LLC
727,8	Діоксид титану від Tironox Inc.
265,0	Вода DI

¹ Приготовлений з суміші наступних компонентів: 632 грами: смола з розмолотим пігментом, що містить сольову групу четвертинного амонію прикладу С; 92 грами DI води; 19 грамів n - Бутоксипропанолу; і 368 грамів STANN B (каталізатор оксид ди-n -бутилолова, що постачається Sankyo Organic Chemicals Co, Ltd). Вищезгадані компоненти додають у вказаному порядку при перемішуванні з високим зусиллям зрушення. Після ретельного змішування компонентів, пігментну пасту переносять у вертикальний піщаний млин і розмелюють до числа Хегмана близько 7,25.

Вищезгадані компоненти спочатку диспергують з високою швидкістю в мішалці Коулса впродовж 30 хвилин і потім розмелюють в млині Premier Mill з діоксидом цирконію в якості абразивного середовища 1,0-1,6 мм впродовж 1 години або до досягнення числа Хегмана близько 7.

Приклад Е

Суміш смоли 1: Цей приклад описує отримання маткової суміші смоли, яку використовують у фарбах 1, 3 і 5 далі.

Вага (грами)	Матеріал
2349,0	Катіонна смола прикладу А
246,9	Пластифікатор ¹
32,4	Пластифікатор ²
12,0	Монометилловий ефір пропіленгліколю від BASF Corp.
6,0	Ефір Моногексилу етилгліколю від BASF Corp.
120,0	Добавка, що підвищує плинність ³
233,7	Вода DI

¹ 711 г DER732 (Аліфатична епоксидна смола, що постачається Dow Chemical Co.) і 164,5 г бісфенолу А, завантажують у відповідно обладнану 3-літрову круглодонну колбу. Суміш нагрівають до 130 °C і додають 1,65 г бензилдиметиламіну. Реакційну суміш витримують при 135 °C до отримання еквівалентної ваги епоксидної групи в суміші 1232. Додають 78,8 г бутилкарбітолформалю (що постачається як Mazon 1651 від BASF Corp.) і потім суміш охолоджують до 95 °C. Додають 184,7 г Jeffamine D400 (діамін поліоксипропілену, що постачається Huntsman Corp.) і реакцію проводять при 95 °C, до досягнення в'язкості Гарднера-Холта зразка смоли, розбавленого 50/50 метоксипропанолом, "HJ". Суміш 19,1 г Епон 828 і 3,4 г бутилкарбітолформалю додають і суміш витримують до досягнення в'язкості Гарднера-Холта зразка смоли, розбавленого 50/50 метоксипропанолом "Q". 988,6 г цієї смоли виливають в суміш 1242,13 г дейонізованої води і 30,2 г сульфамінової кислоти і змішують впродовж 30 хвилин. Потім додають 614,8 г дейонізованої води і добре змішують. Певний вміст твердої речовини в кінцевій водній дисперсії складає 35,8 %.

² Продукт реакції 2 моль монобутилового ефіру диетиленгліколю і 1 моль формальдегіду, 98 % активної речовини, отриманий як описано в US 4,891,111 МакКолема (McCollum) та ін.

³ Отриманий процесом, що включає змішування продукту реакції катіонного поліепоксидаміну і поліепоксидного зшиваючого агента, як описано в US 5,096,556 Корригана (Corrigan) та ін.

Приклад F

Суміш смоли 2: Цей приклад описує отримання суміші смоли, яка використовується у фарбі 7 далі:

Вага (грами)	Матеріал
1820,0	Катіонна смола прим. В
67,1	Пластифікатор, який описаний в прим. Е
11,7	Пластифікатор, який описаний в прим. Е
4,3	Монометилловий ефір пропіленгліколю від BASF Corp.
2,2	Ефір Моногексилу етилгліколю від BASF Corp.
43,5	Добавка плинність, що підвищує, яка описана в прим. Е
103,5	Вода DI

Приклад АА

Розчин ітрію: Цей приклад описує отримання розчину ітрію для використання в композиціях ванни електроосадження фарб 2, 4 і 6 в таблиці 1. Розчин ітрію готують з наступної суміші:

5

Вага (грами)	Матеріал
112,9	Триоксид ітрію
485,0	Вода DI
291,3	Сульфамінова кислота

У відповідно обладнану 5-літрову колбу додають сульфамінову кислоту і воду і перемішують впродовж 20 хвилин. Розчин нагрівають до 98 °C і потім підтримують до отримання прозорого розчину. Витримують, щонайменше, впродовж 2 годин. Дозволяють розчину охолотитися до менше 50 °C.

10

Приклад ВВ

Розчин силану 1: Цей приклад описує отримання розчину аміносилану, який підходить для використання в композиціях ванни електроосадження фарб 3, 4 і 7 в таблиці 1.

Вага (грами)	Матеріал
150,0	Вода DI
30,2	Амінопропілсилсесквіоксан від Gelest, Inc як WSA-9911

15

Об'єднують вищезгадані компоненти і залишають змішуватися впродовж 20 хвилин. Після 20 хвилин додають 88 % молочну кислоту до досягнення pH близько 5,5.

Приклад СС

Розчин силану 2: Цей приклад описує отримання суміші біс(триметоксисилілпропіл) аміну і вінілтриацетоксисилану, яка підходить для використання в композиціях ванни електроосадження фарб 5 і 6

20

Вага (грами)	Матеріал
40,0	Біс(триметоксисилілпропіл) амін, що постачається GE Silicones, як Silquest A-1170
8,0	Вінілтриацетоксисилан, що постачається Gelest, Inc.

Об'єднують вищезгадані компоненти і залишають змішуватися впродовж 20 хвилин.

25

Наступна таблиця представляє отримання композицій ванни електроосадження винаходу:

Таблиця 1

Фарба	Суміш смоли (грами) прикл. E	Суміш смоли (грами) прикл. F	Пігментна паста (грами) прикл. D	DI вода (грами)	Розчин ітрію (грами) прикл. AA	Розчин силану 1 (грами) прикл. BB	Розчин силану 2 (грами) прикл. CC	% UF
1	1086,7	0	136,1	977,2	0	0	0	30
2	0	0	0	20,0	11	0	0	0
3	1063,6	0	136,1	834,3	0	166	0	30
4	0	0	0	20,0	11	0	0	0
5	1063,6	0	136,1	992,0	0	0	8,3	30
6	0	0	0	20,0	11	0	0	0
7	0	1948,8	133,9	103,5	0	8,3	0	30

Фарби 1, 3 і 5 готують додаванням суміші катіонної смоли прикладу E в пластиковий контейнер місткістю 1 галон. Потім пігментну пасту розбавляють близько 200 грамами DI води до її додавання до суміші смоли. Якщо відмічено в таблиці вище, розчин силану розбавляють близько 20 грамами DI води до додавання. DI воду, що залишається, потім додають в контейнер. Вміст твердої речовини в кінцевій ванні складає близько 21,5 %, з відношенням пігменту до зв'язуючого близько 0,14. Тестовані ванни піддають ультрафільтрації на 30 % і поповнюють тільки свіжою DI водою. Після ультрафільтрації фарби 2,4 і 6 готують подальшим додаванням кількостей, перерахованих в таблиці вище, DI води, ітрію і/або силану до фарб 1, 3 і 5 відповідно.

Фарбу 7 готують додаванням суміші катіонної смоли прикладу F в пластиковий контейнер місткістю 1 галон. Потім пігментну пасту розбавляють близько 50 грамів DI води і додають до суміші смоли. Розчин силану прикладу BB розбавляють DI водою, що залишається, і додають до суміші.

Вищезгадані композиції фарби в прикладах (2) - (7) порівнюють з прикладом (1). Тестовані основи являються 4"X6" ACT CRS і EZG панелями, які очищають лужним засобом. Панелі заздалегідь обробляють до нанесення покриття електроосадженням. Ці панелі постачаються ACT Laboratories of Hillside, Michigan.

Кожну з композицій ванни прикладів 1-7 електроосаджують на не-фосфатовані холоднокатані і оцинковані сталеві панелі. Умови кожного катіонного електроосадження наступні: 20-70 Кл, 150-200 Вт при 92 °F, для отримання товщини затверділої плівки 0,8-1,0 міл. Покриті основи затвердівають в електричній печі при 350 °F впродовж 20 хвилин.

Кожну з покритих необроблених сталевих випробувальних панелей піддають тестуванню адгезії з використанням Elcometer PATTI 110 аналізатора адгезії. Результати, які представлені в наступній таблиці для випробувальних панелей, які піддають конденсації вологи впродовж 16 годин.

РАТТІ (пост QCT) тиск порушення адгезії (psi)

Фарба	CRS	EZG	Доданий силан	Доданий ітрій, прикл. АА
1	335	250	Ні	ні
2	382	264	Ні	так
3	303	390	3 прикл. ВВ	ні
4	746	790	3 прикл. ВВ	так
5	399	302	3 прикл. СС	ні
6	842	750	3 прикл. СС	так
7	448	778	3 прикл. ВВ	так

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 5 1. Композиція електроосаджуваного покриття для нанесення на основу, що містить (i) електроосаджуваний плівкоутворюючий полімер, (ii) інгібітор корозії і (iii) розчин силану, який не містить ненасиченого за типом етилену подвійного зв'язку, причому основа попередньо не оброблена фосфатним розчином або розчином цирконію для попередньої обробки до нанесення на основу композиції електроосаджуваного покриття.
- 10 2. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що інгібітор корозії включає рідкоземельний метал, лантанід або їх комбінації.
3. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 2, яка **відрізняється** тим, що інгібітор корозії є ітрієм.
4. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що (ii) інгібітор корозії складає $\leq 5\%$ мас. загальної маси твердої смоли композиції електроосаджуваного покриття.
- 15 5. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що (iii) силан складає $\leq 5\%$ мас. загальної маси твердої смоли композиції електроосаджуваного покриття.
6. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що композиція електроосаджуваного покриття додатково містить силан, який містить ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок.
- 20 7. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що силан містить функціональну групу, що включає аміно-, епоксид-, тіолову групу або їх комбінації.
8. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що композиція електроосаджуваного покриття додатково містить вісмут, мідь, цинк, срібло, цирконій або їх комбінації.
- 25 9. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що (i) електроосаджуваний плівкоутворюючий полімер містить реакційноздатні функціональні групи, і в якій композиція електроосаджуваного покриття додатково містить (iv) зшиваючий агент, який є реакційноздатним по відношенню до реакційноздатних функціональних груп компонента (i).
- 30 10. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 9, яка **відрізняється** тим, що додатково містить каталізатор затвердіння.
11. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 10, яка **відрізняється** тим, що каталізатор затвердіння включає оловоорганічну сполуку, біциклічний гуанідин або їх комбінації.
- 35 12. Основа з нанесеним покриттям із композиції електроосаджуваного покриття за п. 1.
13. Основа за п. 12, яка **відрізняється** тим, що вказана основа попередньо оброблена фосфатним розчином або розчином цирконію для попередньої обробки до нанесення на основу композиції електроосаджуваного покриття.
14. Основа за п. 12, яка **відрізняється** тим, що вказана основа містить сталь, оцинковану сталь або алюміній.
- 40 15. Композиція електроосаджуваного покриття для нанесення на основу, що складається по суті з (i) електроосаджуваного плівкоутворюючого полімеру, що включає реакційноздатні функціональні групи, (ii) ітрію, (iii) розчину силану, який не містить ненасиченого за типом етилену подвійного зв'язку; (iv) зшиваючого агента, який є реакційноздатним по відношенню до реакційноздатних функціональних груп плівкоутворюючого полімеру; і (v) каталізатора.
- 45 16. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 15, яка **відрізняється** тим, що тиск порушення адгезії якої після нанесення на основу і після затвердіння при тестуванні адгезії РАТТІ щонайменше на 100 фунтів на кв. дюйм більше, ніж тиск порушення адгезії композиції

електроосаджуваного покриття, що містить плівкоутворюючий полімер, та не містить (ii) ітрій і (iii) силан.

17. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 15, яка **відрізняється** тим, що силан містить функціональну групу, що включає аміно-, епоксидні, тіолову групи або їх комбінації.

5 18. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 1, яка **відрізняється** тим, що силан є аміносиланом.

19. Композиція електроосаджуваного покриття для нанесення на основу, яка містить (i) електроосаджуваний плівкоутворюючий полімер, (ii) ітрій і (iii) розчин аміносилану, що містить функціональну групу, що містить ненасичений за типом етилену подвійний зв'язок, гідроксид-, карбамат-, епоксид-, ізоціанат-, сольову аміно-, меркаптогрупи або їх комбінації, причому основа попередньо не оброблена фосфатним розчином або розчином цирконію для попередньої обробки до нанесення на основу композиції електроосаджуваного покриття.

20. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 19, яка **відрізняється** тим, що тиск порушення адгезії якої після нанесення на основу і після затвердіння при тестуванні адгезії РАТТІ щонайменше на 100 фунтів на кв. дюйм більше, ніж тиск порушення адгезії композиції електроосаджуваного покриття, що містить плівкоутворюючий полімер та не містить (ii) ітрій і (iii) аміносилан.

21. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 19, яка **відрізняється** тим, що (i) плівкоутворюючий полімер містить реакційноздатні функціональні групи і в якій композиція електроосаджуваного покриття додатково включає (iv) зшиваючий агент, який є реакційноздатним по відношенню до реакційноздатних функціональних груп компонента (i).

22. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 21, яка **відрізняється** тим, що композиція електроосаджуваного покриття додатково включає (v) каталізатор.

23. Композиція електроосаджуваного покриття за п. 22, яка **відрізняється** тим, що каталізатор включає оксид дибутилолова, біциклічний гуанідин або їх комбінації.

24. Основа з нанесеним покриттям із композиції електроосаджуваного покриття за п. 19.

Комп'ютерна верстка О. Рябко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601