

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 82102939.4

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 25 D 13/00**

(22) Anmeldetag: 06.04.82

(30) Priorität: 07.04.81 DE 3113881

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
27.10.82 Patentblatt 82/43

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
DE FR GB IT SE

(71) Anmelder: Herberts Gesellschaft mit beschränkter  
Haftung  
Christbusch 25  
D-5600 Wuppertal 2(DE)

(72) Erfinder: Lattke, Ernst, Dr. Dipl.-Chem.  
Im Schwaigfeld 16  
D-8037 Olching(DE)

(72) Erfinder: Saatweber, Dietrich Dr. Dipl.-Chem.  
Forststrasse 22  
D-5600 Wuppertal 21(DE)

(72) Erfinder: Johannsen, Friedrich  
Ratinger Strasse 95  
D-5628 Heiligenhaus(DE)

(74) Vertreter: Türk, Dietmar, Dr. rer. nat. et al,  
Redies, Redies, Türk & Gille, Patentanwälte  
Brucknerstrasse 20  
D-4000 Düsseldorf 13(DE)

(54) Verfahren zum Dispergieren von EPC-Pulvern.

(57) Bei dem Verfahren zum Dispergieren von EPC-Pulvern in  
wäßrigen Badflüssigkeiten für elektrophoretische Abschei-  
dungsbäder unter Rühren, wird die das Pulver enthaltende  
Badflüssigkeit einer Ultraschallbehandlung ausgesetzt.

1 Anmelder: Herberts Gesellschaft mit beschränkter Haftung,  
Christbusch 25, 5600 WUPPERTAL 2

5 Verfahren zum Dispergieren von EPC-Pulvern

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum  
10 Dispergieren von EPC-Pulvern in wäßrigen Badflüssigkei-  
ten für elektrophoretische Abscheidungsbadern unter Rühren.

Beim Verfahren zum elektrophoretischen Abscheiden ist  
es bekannt, daß die elektrophoretischen Abscheidungs-  
15 bader pulverförmige synthetische Harze enthalten, die  
während des elektrophoretischen Abscheidungsvorganges  
zusammen mit den gelösten Harzen und gegebenenfalls  
sonstigen pulverförmigen Bestandteilen, wie Pigmenten,  
abgeschieden werden. Die pulverförmigen synthetischen  
20 Harze, die in derartigen elektrophoretischen Ab-  
scheidungsbadern vorliegen, sind im wesentlichen wasser-  
unlöslich, und werden als EPC-Pulver bezeichnet (vergl.  
DE-OS 2 248 836, DE-AS 2 923 589).

25 Die Dispergierung der EPC-Pulver in den wäßrigen,  
elektrophoretischen Abscheidungsbadern muß sehr sorg-  
fältig erfolgen. Das Pulver muß in möglichst feinver-  
teilter Form in dem Abscheidungsbad vorliegen. Man hat  
30 dazu das Pulver zu geringen Korngrößen vermahlen, es  
dann zu der wäßrigen Abscheidungsflüssigkeit gegeben  
und mit hochtourigen Homogenisatoren behandelt. Dies  
reicht für eine ausreichende Dispergierung häufig nicht  
aus, so daß zusätzlich eine Dispergierung in Perlmühlen  
35 erforderlich ist.



1 Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabenstellung  
zugrunde das Dispergieren von EPC-Pulvern einfach und  
wirkungsvoll zu gestalten. Es wurde nun gefunden, daß  
überraschenderweise eine vorzügliche Dispergierung  
5 möglich ist, wenn man Ultraschall anwendet.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demgemäß ein  
Verfahren zum Dispergieren von EPC-Pulvern in wäßrigen  
Badflüssigkeiten für elektrophoretische Abscheidungs-  
10 bäder unter Rühren, das dadurch gekennzeichnet ist, daß  
die das Pulver enthaltende Badflüssigkeit einer Ultra-  
schallbehandlung ausgesetzt wird.

Badflüssigkeiten für  
Als EPC-Pulver und als/elektrophoretische Abscheidungs-  
15 bäder können die üblichen auf diesem technischen Gebiet  
bekannten Produkte verwendet werden. In der Regel handelt  
es sich um wäßrige Systeme, die jedoch auch gewisse  
Anteile an organischen Lösungsmitteln enthalten können.  
Zur Durchführung des Verfahrens muß im gewissen Umfang  
20 ein Rühren erfolgen, womit zum Ausdruck gebracht werden  
soll, daß das Pulver nicht am Boden des Behälters abge-  
setzt sein soll. Das Rühren kann mittels mechanischer  
Vorrichtungen erfolgen, oder durch Vermischen von Produkt-  
25 strömen.

Die das Pulver enthaltende Badflüssigkeit wird solange  
und mit solcher Intensität einer Ultraschallbehandlung  
ausgesetzt, bis der gewünschte Dispersionsgrad erreicht  
30 ist. Es können übliche Ultraschall-Erzeuger eingesetzt  
werden. Die gröÙe der Ultraschall-Erzeuger muß naturge-  
mäÙ auf die GröÙe der Behälter und die Mengen an Bad-  
flüssigkeit bzw. Pulver abgestellt sein, die der Behand-  
lung unterworfen werden sollen. Es hat sich gezeigt, daß  
35 in der Regel nach wenigen Minuten, z.B. 5 bis 30 Minuten  
eine voll befriedigende Dispergierung erhalten wurde.



1 Beispiele für pulverförmige synthetische Harze sind nicht-ionische Harze, wie Epoxyharze, Polyesterharze, Acrylharze, Polyurethanharze, Polyamidharze, Polyolefinharze, harzartige Zellulosederivate.

5

Die Pulver können als solche oder als wäßrige Pulver-Slurries der Badflüssigkeit zugesetzt werden.

Die in der Badflüssigkeit gelösten Bindemittel können  
10 kationische oder anionische Harze sein, wobei kationische Harze deshalb bevorzugt sind, weil sie auf diesem Gebiet der Technik besondere Bedeutung besitzen.

Unter Badflüssigkeit wird das EPC-Bad oder die wäßrige  
15 Bindemittellösung oder -dispersion für EPC-Abscheidungs-  
bäder verstanden. Der Festkörper an gelöstem Bindemittel dieser Badflüssigkeit kann zwischen 3 und 80 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 5 und 35 Gew.-% liegen. Der Gehalt an Pulver kann zwischen 1 und 80 Gew.-%, zweckmäßig  
20 zwischen 5 und 30 Gew.-%, liegen.

Die elektrophoretischen Abscheidungs-bäder können grundsätzlich alle Bestandteile enthalten, die auf diesem technischen Gebiet üblich sind.

25

Die Ultraschall-Frequenz sollte mindestens etwa 10 kHz betragen, um eine schnelle Dispergierung zu ermöglichen. Die obere Grenze wird durch den wirtschaftlich vertretbaren apparativen Aufwand für den Ultraschall-Erzeuger  
30 begrenzt. Aus praktischen Gründen wird die untere Grenze der Frequenz bei etwa 10 kHz und die obere Grenze bei etwa 100 kHz liegen.

Die elektrophoretische Abscheidung des EPC-Lackes aus  
35 Abscheidungs-bädern, welche gemäß der Erfindung hergestellt werden, entspricht der üblichen Verfahrensweise.

- 1 Die Abscheidespannung kann während der Beschichtung konstant gehalten oder "hochgeregelt" werden. (Schnelles Erhöhen der Spannung von 0 auf die Abscheidespannung). Um Oberflächen von guter Qualität und Beschichtungen mit  
5 gutem Umgriff zu erhalten, ist es vorteilhaft, ein Spannungsprogramm anzuwenden wie es für die Elektrotauchlackierung praktiziert wird, wobei z. B. zunächst bei niedrigerer Spannung abgeschieden und anschließend in  
10 längerer Zeit bei einer höheren Spannung der Film verdichtet wird. Die Gesamtabscheidezeit kann 30 bis 300 Sekunden betragen.

#### Beispiel 1

- 15 In einem 600 l-Behälter werden 260 l 10%iger kathodisch abscheidbarer EPC-Klarlack vorgelegt und 39 kg EPC-Pulver zugemischt.

- Nach 5 Minuten Umwälzung mit einem Rührer ergibt die  
20 Siebprobe eine beschränkte Filtrierbarkeit über ein 40  $\mu$ m Sieb. Der Siebrückstand beträgt über 3 g pro Liter der Dispersion. Nun wird ein Ultraschall-Erzeuger in das Bad gebracht und das Material 10 Minuten mit Ultraschall behandelt (Frequenz 22 kHz).

- 25 Anschließend ist eine einwandfreie Filtration über 25  $\mu$ m-Patronenfilter möglich. Der Siebrückstand in einem 40  $\mu$ m Sieb beträgt nun unter 50 mg pro Liter Dispersion. In einem Parallelversuch wurde durch Rühren ohne Ultra-  
30 schallbehandlung beim Sieben unter gleichen Bedingungen ein Siebrückstand von über 100 mg pro Liter Dispersion festgestellt.

- Zur weiteren Überprüfung des Dispergiereffektes wird die Dispersion mit vollentsalztem Wasser auf 13 %  
35 Festkörpergehalt eingestellt und die Qualität des durch kathodische Abscheidung erzeugten Lackfilms beurteilt.

1 Die Daten des Abscheidebades sind:

Temperatur: 25°C

pH-Wert : 5,3

5 spez.

Leitfähigkeit

(ms/cm) : 0,81

Abscheidungsdaten:

Spannung und Zeit : 10 Sekunden 100 V, 20 Sekunden 400 V

10 Elektrodenabstand : 5,5 cm

Flächenverhältnis Anode/Kathode : 1:4

Während nicht mit Ultraschall behandeltes Material unmittelbar nach dem Ansetzen des Bades einen Trockenfilm

15 von 20-25 µm Schichtdicke liefert, erhält man aus Ultraschall-behandeltem Material unter gleichen Bedingungen Filme von 51-56 µm Schichtdicke.

Weitere Beschichtungen mit Ultraschall-behandeltem

20 Material sind in Tabelle 1 angegeben:

25

30

35



Tabelle 1

| Badtemp: | Spannung | Zeit   | Vorwiderstand | Schichtdicke | Oberfläche | Umgriff<br>(Manschetten-<br>methode) |
|----------|----------|--------|---------------|--------------|------------|--------------------------------------|
| [°C]     | [V]      | [Sek.] | [Ω]           | [μm]         |            |                                      |
| 20       | 250      | 30     | 0             | 60-67        | i.o.       | mäßig                                |
| 30       | 50       | 20     | 0             | 50-55        | i.o.       | gut                                  |
|          | und 150  | 130    | 0             |              |            |                                      |
| 25       | 400      | 180    | 0             | 31-34        | i.o.       | sehr gut                             |
| 25       | 30       | 200    | 0             |              |            |                                      |
|          | und 180  | 400    | 0             | 43-48        | i.o.       | sehr gut                             |
| 30       | 400      | 30     | 200           |              |            |                                      |
|          | und 400  | 30     | 100           |              |            |                                      |
|          | und 400  | 30     | 50            | 44-50        | sehr       | sehr                                 |
|          | und 400  | 30     | 25            |              | gut        | gut                                  |
|          | und 400  | 120    | 0             |              |            |                                      |

# 1 Beispiel 2

In einem Kunststoffbehälter werden 12 l 10%iger EPC-Klarlack mit 1560 g EPC-Pulver gemischt.

5 Proben dieser Mischung wurden unterschiedlichen Ultraschallbehandlungszeiten in einer Ultraschallwanne mit 40 kHz unterworfen.

10 Die Siebbarkeit wurde durch Bestimmung der Siebrückstände über ein 22 000 Maschen-Sieb verfolgt:

| Beschallungszeit |         | Siebrückstand |
|------------------|---------|---------------|
|                  | Minuten | mg/l          |
| 15               | 0       | 4000          |
|                  | 1       | 450           |
|                  | 2       | 210           |
|                  | 5       | 160           |
|                  | 7       | 16            |
| 20               | 10      | 2             |

Nach 15 Stunden Rühren ohne Ultraschallbehandlung beträgt der Siebrückstand 90 mg/l.

# 25 Beispiel 3

30 Zur Erhöhung des Festkörpers eines 12 l EPC-Bades mit 10Gew.-% Festkörper werden 500 g dieses Bades entnommen und mit 500 g einer Slurry aus 167 g EPC-Pulver und 333 g vollentsalztem Wasser vermischt und 15 Minuten lang unter Rühren in einer Ultraschallwanne mit Ultraschall behandelt (Frequenz 22 kHz).

35 Die Dispersion wird anschließend sofort über ein 6800-



1 Maschensieb in die Badlösung gegeben.

Der Bindemittelanteil wird durch Zugabe von 320 g  
5 wässriger, 30%iger Bindemittellösung in das EPC-Bad  
angehoben.

Ein Ansatz aus 500 g EPC-Bad und 500 g der oben be-  
schriebenen Slurry, der nicht mit Ultraschall be-  
handelt wird, ist dagegen erst nach 7 1/2 stündigem  
10 Rühren durch das 6800- Maschensieb siebbar.

15

20

25

30

35



1 Patentanspruch:

Verfahren zum Dispergieren von EPC-Pulvern in wäßrigen  
Badflüssigkeiten für elektrophoretische Abscheidungs-  
5 bäder unter Rühren, d a d u r c h g e k e n n -  
z e i c h n e t , daß die das Pulver enthaltende Bad-  
flüssigkeit einer Ultraschallbehandlung ausgesetzt  
wird.

10

15

20

25

30

35





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0063314

Nummer der Anmeldung

EP 82 10 2939

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE                                                                            |                                                                                                      |                                                                                                      |                                                       |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| Kategorie                                                                                         | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile                  | Betrifft Anspruch                                                                                    | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. <sup>3</sup> ) |
| X                                                                                                 | NL-A-7 004 695 (FUJI)<br>* Beispiele *                                                               | 1                                                                                                    | C 25 D 13/00                                          |
| X                                                                                                 | FR-A-1 440 643 (GENERAL ELECTRIC)<br>* Seite 6, rechte Spalte, Zeile 8<br>- linke Spalte, Zeile 30 * | 1                                                                                                    |                                                       |
| X                                                                                                 | FR-A-2 041 867 (THE SHERWIN WILLIAMS CO.)<br>* Seite 14, Zeile 4 *                                   | 1                                                                                                    |                                                       |
| X                                                                                                 | US-A-3 920 532 (HANSEN)<br>* Spalte 6, Zeile 43 *                                                    | 1                                                                                                    |                                                       |
|                                                                                                   |                                                                                                      |                                                                                                      | RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>3</sup> )    |
|                                                                                                   |                                                                                                      |                                                                                                      | C 25 D                                                |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.                        |                                                                                                      |                                                                                                      |                                                       |
| Recherchenort<br>DEN HAAG                                                                         |                                                                                                      | Abschlußdatum der Recherche<br>12-07-1982                                                            | Prüfer<br>NGUYEN THE NGHIEP                           |
| <b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</b>                                                         |                                                                                                      |                                                                                                      |                                                       |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet                                                    |                                                                                                      | E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist |                                                       |
| Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie |                                                                                                      | D : in der Anmeldung angeführtes Dokument                                                            |                                                       |
| A : technologischer Hintergrund                                                                   |                                                                                                      | L : aus andern Gründen angeführtes Dokument                                                          |                                                       |
| O : mündliche Offenbarung                                                                         |                                                                                                      |                                                                                                      |                                                       |
| P : Zwischenliteratur                                                                             |                                                                                                      | & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument                                  |                                                       |
| T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze                                      |                                                                                                      |                                                                                                      |                                                       |