



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 16 643 T2** 2004.04.15

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 027 190 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 16 643.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/EP98/00322**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 903 020.0**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 98/032566**

(86) PCT-Anmeldetag: **22.01.1998**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **30.07.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **16.08.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **23.07.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **15.04.2004**

(51) Int Cl.⁷: **B24D 3/28**

B24D 11/00, B24D 3/34

(30) Unionspriorität:

788961 24.01.1997 US

(73) Patentinhaber:

UCB S.A., Brüssel/Bruxelles, BE

(74) Vertreter:

Lederer & Keller, 80538 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LI,
LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

**WILLIAMSON, Ellen, Sue, Chamblee, US;
KEMMERER, Richard, Marietta, US**

(54) Bezeichnung: **BESCHICHTETE, ABRASIVE GEGENSTÄNDE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft das Gebiet von beschichteten Schleifprodukten und stellt die Verwendung von durch ionisierende Strahlung gehärteten Epoxidharzen als Bindemittel in solchen Produkten bereit.

[0002] Beschichtete Schleifprodukte umfassen im All-gemeinen einen Träger und dadurch getragene und daran anhaftende Schleifkörner. Der Träger kann Papier, Tuch, Polymerfolie, vulkanisierte Faser, Polyester, Cellulose, Polymilchsäure usw. oder eine Kombination von zwei oder mehreren von diesen Materialien sein. Die Schleifkörner können aus Feuerstein, Granat, Aluminiumoxid, Aluminiumoxid-Zirkoniumoxid, Diamant, Siliziumcarbid, usw. sein. Bindemittel für den Zweck des Anhaftens der Körner an den Träger schließen üblicherweise Phenolharze, Lederleim, Lack, Epoxidharze, Alkydharze und Harnstoff-Formaldehyd-Harze und Polyurethanharze ein.

[0003] Der beschichtete Schleifkörper kann eine „Bindemittel“schicht von harzartigem Bindemittelmaterial, welche genutzt wird, um die Enden der Schleifkörner auf dem Träger zu befestigen, wenn die Körner orientiert werden, und eine „Deck“schicht aus harzartigem Bindemittelmaterial über der Bindemittelschicht anwenden, die dafür sorgt, dass die Schleifkörper fest am Träger anhaften. Das Deckschichtharz kann aus dem gleichen Material wie das Bindemittelschichtharz sein oder es kann aus einem anderen harzartigen Material sein.

[0004] Bei der Herstellung von herkömmlichen Schleifkörpern wird zuerst das harzartige Bindemittel der Bindemittelschicht auf den Träger aufgetragen, dann werden die Schleifkörner aufgetragen; die Bindemittelschicht wird teilweise gehärtet, das harzartige Bindemittel der Deckschicht wird dann aufgetragen und schließlich wird der Aufbau voll-ständig gehärtet. Im Allgemeinen liefern thermisch härtbare Bindemittel Schleifkörper mit ausgezeichneten Eigenschaften; z. B. Wärmebeständigkeit. Thermisch härtbare Bindemittel schließen Phenolharze, Epoxidharze und Alkydharze ein. Mit aus Polyester oder Cellulose gebildeten Trägern sind Härtungstemperaturen jedoch auf ein Maximum von etwa 130°C beschränkt. Bei dieser Temperatur sind Härtungszeiten ausreichend lang, sodass sie die Verwendung von Girlandenhärtungsbereichen erfordern. Girlandenhärtungsbereiche sind dahingehend nachteilig, dass sie zur Bildung von Defekten an den Aufhängestangen, inkonsistenter Härtung aufgrund von Temperaturschwankungen in den großen Girlandenöfen, Absacken (sag) des Bindemittels und Verschieben der Schleifgranulate führen. Außerdem erfordern Girlandenhärtungsbereiche viel Raum und hohe Energiemengen. Folglich würde es erwünscht sein, als Bindemittelschicht oder als Deckschicht ein harzartiges Bindemittel zu verwenden, das zum wirksamen Härten keinen hohen Wärmebedarf erfordert.

[0005] Durch Strahlung härtbare Harze sind auf dem Fachgebiet bekannt. DE-A-1 956 810 offenbart die Verwendung von Strahlung zum Härten von ungesättigten Polyesterharzen, insbesondere in Gemischen mit Styrol als Bindemittel für Schleifkörper. US-A-4 047 903 offenbart ein durch Strahlung härtpbares Bindemittel, umfassend ein Harz, hergestellt durch mindestens Teilreaktion von (a) Epoxidharzen mit mindestens 2 Epoxygruppen, z. B. aus Diphenylolpropan und Epichlorhydrin, mit (b) ungesättigten Monocarbonsäuren und (c) gegebenenfalls Polycarbonsäureanhydrid. US-A-4 457 766 offenbart die Verwendung von acylierten Epoxidharzen, welche darin bezeichnet sind, „Epoxyacrylate“, wie die Diacrylatester von Bisphenol-A-Epoxidharzen, als ein durch Strahlung härtpbares Bindemittel für beschichtete Schleifkörper.

[0006] Die in den vorangehenden Patenten beschriebenen beschichteten Schleifkörper zeigen den Nachteil einer schlechten Anhaftung von Schleifkörnern an den Trägern, weil das Bindemittel auf Flächen, wo die Schleifkörner Strahlung ausgesetzt sind, nicht härten, sofern nicht hohe Dosierungen von ionisierender Strahlung angewendet werden. Hohe Strahlungsdosierungen können den Träger negativ beeinflussen. Schlechte Anhaftung von Schleifkörnern ergibt einen großen Verlust an Schleifkörnern; d. h. „Schalenbildung“ von dem Träger auf dem Biegen und Vermahlen. Versuche zum Verbessern der Anhaftung der Schleifkörner durch Härten mit ionisierender Strahlung durch die Rückseite des Trägers, führen, gemäß US-A-4 751 138, häufig zum Abbau des Trägers.

[0007] Es gibt einige Offenbarungen von Elektronenstrahlhärten von Schleifkörperbindemitteln, obwohl jedoch in allen Fällen über einen freien radikalischen Mechanismus, beispielsweise in US-A-4 457 766. Zwei Patente führen auch die Verwendung von Jodoniumsalzen bei der Härtung eines Schleifkörperbindemittelsystems an (US-A-4 828 583 und 4 735 632), jedoch nur als Teil eines ternären Photostartersystems für (Meth)acrylatmonomere (nicht als kationische Starter), und es wird mitgeteilt, dass es beim Elektronenstrahlhärten unwirksam ist. Auch offenbaren US-A-5 578 343 und 5 571 297 eine Bindemittelschicht, umfassend ein Bindemittelpolymer, umfassend mindestens eine durch Strahlung härtbare Funktionalität und mindestens eine zweite Funktionalität, die durch einen anderen Mechanismus härtbar ist, vorzugsweise durch die Anwendung von Wärme. EP-A-0 284 064 offenbart Verfahren für die Herstellung eines Schleifkörpers, worin das Härten mit einem kurzwelligen Licht und Wärme ausgeführt wird. Schließlich offenbart US-A-4 751 138 ein Schleifkörperprodukt, worin mindestens eine der Bindemittelschicht und der Deckschicht aus einer durch Strahlung härtpbaren Zusammensetzung gebildet wird. Dieses Dokument lehrt eine Bevorzugung für UV-Strahlung: alle sich auf Epoxy beziehenden Beispiele werden durch UV-Strahlung gehärtet. Obwohl Resolphenolmaterialien, die

üblicherweise als Bindemittel verwendet werden, ausgezeichnete physikalische Eigenschaften nach Härten aufweisen, erfordert das Härtingsverfahren Aufheizen bei erhöhten Temperaturen für viele Stunden, was einen großen Energieeinsatz erfordert. Die erforderlichen Öfen sind sehr groß, wodurch zur Erhöhung der Kapazität hohe Investitionen erforderlich werden. Außerdem setzen Resolphenole beim Härten Phenol- und Formaldehyddämpfe frei. Da lange Härtingszeiten erforderlich sind, müssen hohe Bestände an fertigem Schleifkörper und Zwischenprodukt dafür durch die Hersteller von Schleifkörperprodukten bereitgehalten werden.

[0008] Die vorliegende Erfindung erlaubt schnelles Härten von beschichteten Schleifgegenständen.

[0009] Die Erfindung bietet die nachstehenden Vorteile gegenüber herkömmlichen Verfahren unter Verwendung von thermisch gehärteten Phenolen:

- Verminderte Härtingszeiten gestatten Herstellungsflexibilität für Schleifkörpermaterialien, wodurch sich die Menge an fertig beschichteten Schleifkörperbeständen, die zur Verfügung stehen muss, vermindert.
- Energiekosten zur Herstellung von Schleifkörpern werden reduziert.
- Zusätzliche Kapazität kann erschlossen werden, bei viel geringeren Kosten als für neue Öfen.
- Toxische Abgase (Phenol und Formaldehyd), die während des Härstens erzeugt werden, werden beseitigt.

[0010] Die Erfindung bietet die nachstehenden Vorteile gegenüber durch Ultraviolettstrahlung härtenden Verfahren des Standes der Technik:

- Härten durch Ultraviolettstrahlung ist auf Systeme begrenzt, die für Wellenlängen transparent sind, die durch die Startspezies absorbiert werden.
- Die meisten kommerziell erhältlichen kationischen Starter absorbieren Licht nicht oberhalb 350 nm, manchmal oberhalb 300 nm, unter Verhindern von deren Anwendung in pigmentierten Systemen und Begrenzen der Tiefe der verfügbaren Härtung.
- Ionisierende Strahlung durchdringt Substrate ungeachtet der Farbe, wodurch die Härtung von stark beschichteten und/oder pigmentierten Systemen möglich wird.
- Ionisierende Strahlung kann teilchenförmiges Material, wie Schleifkörper und Füllstoffe, durchdringen.

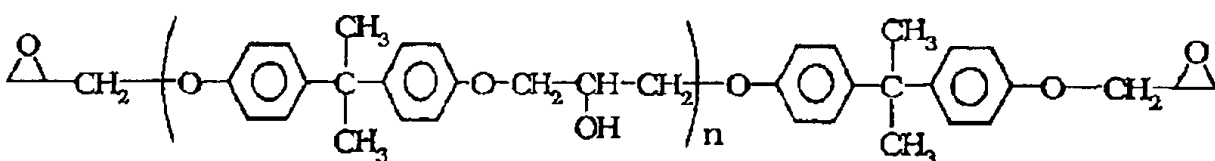
[0011] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Schleifprodukts bereit, wobei das Verfahren die Schritte umfasst von:

- (a) Auftragen einer Bindemittelschicht aus harzartigem Bindemittel auf einen Träger;
 - (b) Auftragen von Schleifkörnern auf die Bindemittelschicht;
 - (c) teilweises Härten der Bindemittelschicht, sodass die Körner dadurch getragen werden und daran haften;
 - (d) Auftragen einer Deckschicht aus harzartigem Bindemittel auf die teilweise gehärtete Bindemittelschicht;
 - (e) gegebenenfalls Auftragen darauf einer Tränkmassenschicht, Vorderseitenschicht, Rückseitenschicht oder einer Kombination dieser wahlweisen Schichten; und
 - (f) vollständiges Härten des Aufbaus zur Bildung des Schleif-Produkts;
- wobei das Verfahren dadurch gekennzeichnet ist, dass
- (i) mindestens eine der Schichten eine Epoxidharzformulierung umfasst, welche mindestens ein Epoxidharz und mindestens einen kationischen Oniumsalzstarter umfasst;
 - (ii) in mindestens einem der Härtungsschritte mindestens eine der in (i) definierten Schichten mit ionisierender Strahlung, ausgewählt aus Elektronenstrahlen, γ -Strahlen und Röntgenstrahlen, zur Bildung von mindestens einem Epoxykation in der Schicht bestrahlt wird, die dann zur Härtung der Schicht kationische Polymerisation eingeht; und
 - (iii) wobei das Verfahren keinen thermischen Härtungsschritt beinhaltet.

[0012] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung umfasst die Epoxidharzformulierung das Epoxidharz in einer Menge von 1 bis 99,5 Gewichtsprozent der Gesamtformulierung und den kationischen Oniumsalzstarter in einer Menge von 0,1 bis 10 Gewichtsprozent der Gesamtformulierung.

[0013] Das in der Bindemittelformulierung anzuwendende Epoxidharz kann aus einer großen Vielzahl von kommerziell erhältlichen Materialien ausgewählt werden, insbesondere aus beliebigen der nachstehenden Glycidylether:

1. Diglycidylether von Bisphenol A der Formel

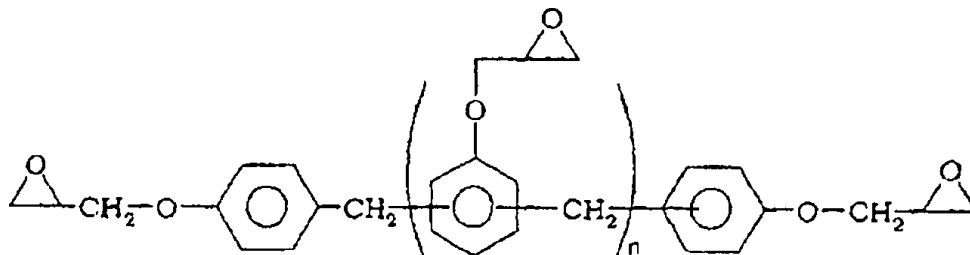


worin $n = 0$ bis 10.

Diese Harze sind von einer Vielzahl von Herstellern, wie Shell Chemical Company, DOW Chemical Com-

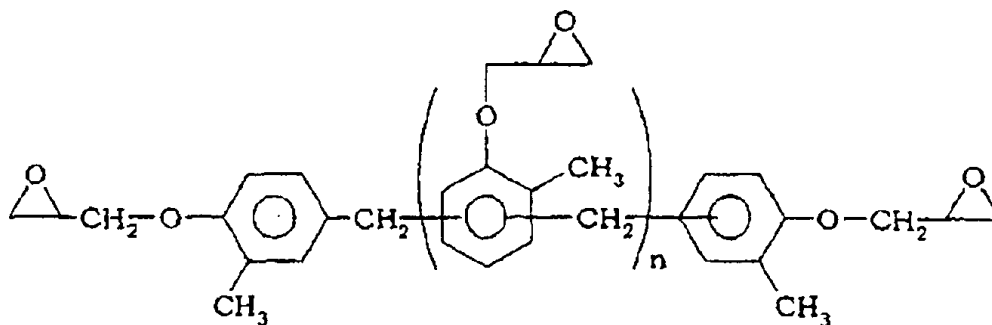
pany und Ciba-Geigy Corporation, in einer Vielzahl von Molekulargewichten und Viskositäten verfügbar. Beispiele schließen ein: D.E.R. 332, D.E.R. 330, D.E.R. 331, D.E.R. 383, Tactix 123, Tactix 138 und Tactix 177 (DOW Handelsmarken); Epon 825, Epon 826 und Epon 828 (Shell Handelsmarken); und Araldite GY 6008, Araldite GY 6010 und Araldite GY 2600 (Ciba-Geigy Handelsmarken).

2.a) Diglycidylether von Bisphenol F und Epoxy-Phenol-Novolake der Formel:



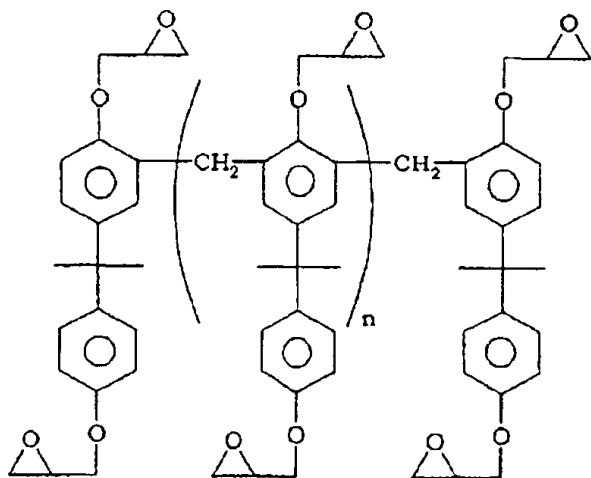
worin $n = 0$ (Diglycidylether von Bisphenol F) oder $n > 0$ (Epoxy-Phenol-Novolake). Diese sind von einer Vielzahl von verschiedenen Herstellern in einer Vielfalt von Molekulargewichten und Viskositäten erhältlich. Beispiele schließen ein: Epon 155, Epon 160, Epon 861 und Epon 862 (Shell Handelsmarken), DEN 431, DEN 436, DEN 438, DEN 439, DEN 444 und Tactix 785 (Dow Handelsmarken), Araldite PY 306, Araldite EPN 1138, Araldite EPN 1139, Araldite EPN 1179, Araldite EPN 1180, Araldite EPN 9880, Araldite GY 281, Araldite GY 282, Araldite GY 285, Araldite GY 308, Araldite LY 9703, Araldite PY 307 und Araldite XD 4995 (Ciba Geigy Handelsmarken) und Epalloy 8230, Epalloy 8240, Epalloy 8250, Epalloy 8330 und Epalloy 8350 (CVC Specialty Chemicals Handelsmarken).

2.b) Epoxy-Cresol-Novolake der Formel



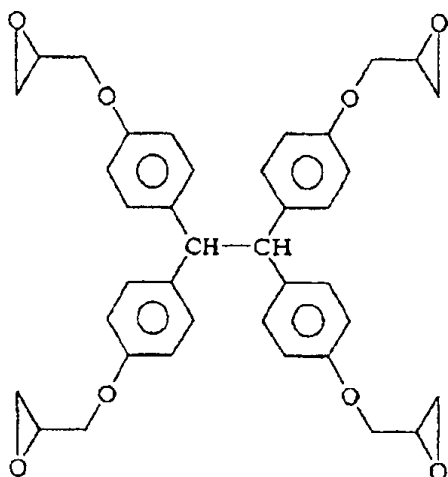
worin $n > 0$. Sie sind von einer Vielzahl von verschiedenen Herstellern in einer Vielfalt von Molekulargewichten und Viskositäten erhältlich. Beispiele schließen ein: Epon 164 und Epon RSS-2350 (Shell Handelsmarken) und Araldite ECN 1235, Araldite ECN 1273, Araldite ECN 1280, Araldite ECN 1282, Araldite ECN 1299, Araldite ECN 1400, Araldite ECN 1871, Araldite ECN 1873, Araldite ECN 9511 und Araldite ECN 9699 (Ciba Geigy Handelsmarken).

2.c) Bispheno1-A-Epoxy-Novolake der Formel



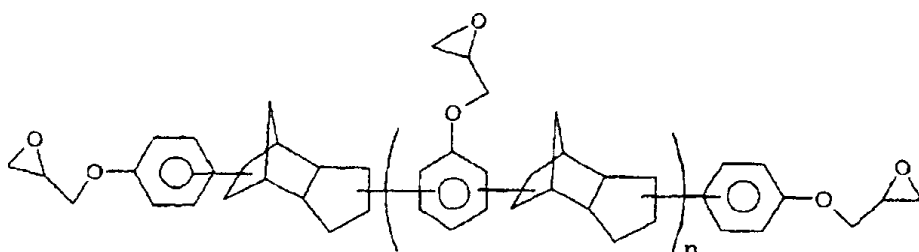
worin $n = 0$ bis etwa 2 oder mehr. Sie sind in einer Vielzahl von Molekulargewichten und Viskositäten als die SU-Reihen von Shell Chemical kommerziell erhältlich.

3. Tetraglycidylether von Tetrakis(4-hydroxyphenyl)ethan der Formel



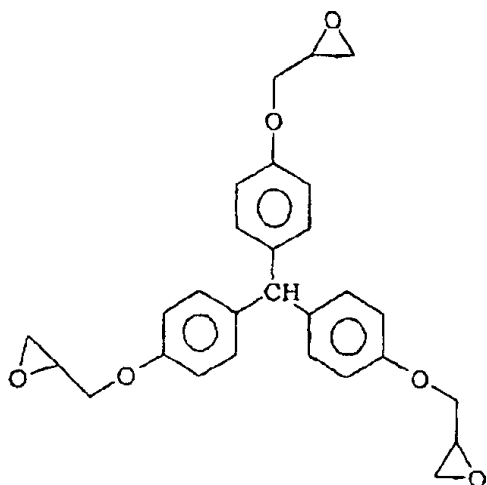
kommerziell erhältlich als Epon 1031 (Shell Chemical Handelsmarke) und Araldite MT 0163 (Ciba-Geigy Handelsmarke).

4. Glycidylether des Kondensationsprodukts von Dicyclopentadien und Phenol der Formel



kommerziell erhältlich als Tactix 556 (DOW Chemical Handelsmarke), worin n ungefähr 0,2 ist.

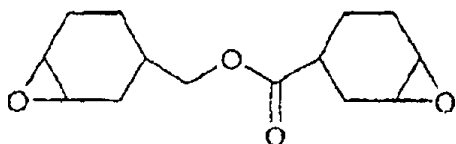
5. Triglycidylether von Tris(hydroxyphenyl)methan der



ist erhältlich als Tactix 742 (DOW Chemical Handelsmarke).

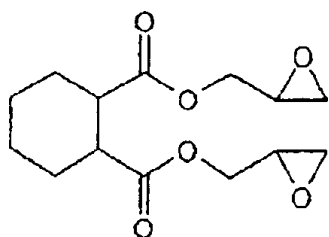
[0014] Diese Materialien können einzeln oder als ein Gemisch von verschiedenen der Materialien verwendet werden.

[0015] Das Epoxidharz in der Bindemittelformulierung kann jene von jedem der nachstehenden cycloaliphatischen Epoxiden der ausgewiesenen Formeln, entweder als der Hauptbestandteil der Bindemittelformulierung oder als ein Verdünnungsmittel, einschließen:

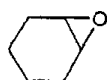


3,4-Epoxycyclohexancarbonsäure-3',4'-epoxycyclohexylmethylester [erhältlich als ERL-4221, Cyacure

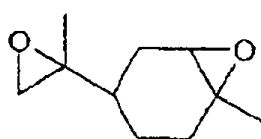
UVR-6110 und UVR 6105 (Union Carbide Corporation Handelsmarken), Araldite CY-179 (Ciba-Geigy Handelsmarke), Uvacure 1500 (UCB Handelsmarke) und als Celloxide 2021 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)].



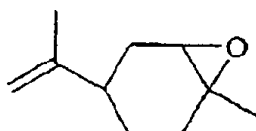
Diglycidylester von Hexahydrophthalsäureanhydrid (erhältlich als CY 184 (Ciba-Geigy Handelsmarke)),



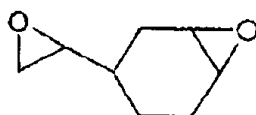
Cyclohexenoxid,



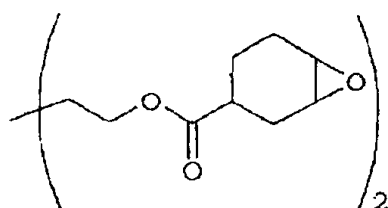
Limonendiepoxid [erhältlich als Celloxide 3000 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)].



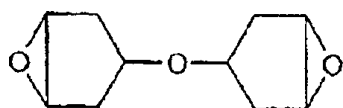
Limonenmonoxid,



Vinylcyclohexendioxid [erhältlich als ERL-4206 (Union Carbide Corporation Handelsmarke)],



Bis(3,4-epoxycyclohexylmethyl)adipat (erhältlich als ERL-4299 (Union Carbide Handelsmarke)),



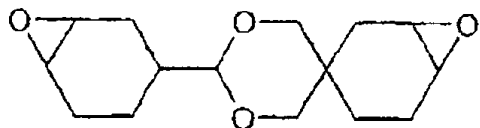
Bis(2,3-epoxycyclopentyl)ether,



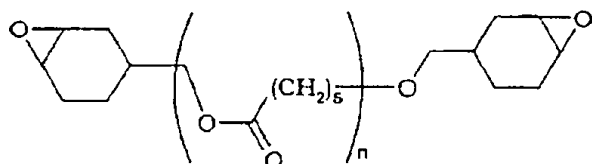
vinylcyclohexenoxid [erhältlich als Celloxide 2000 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)],



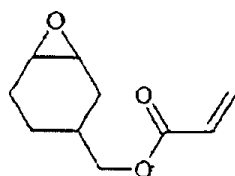
(3,4-Epoxy)cyclohexylmethanol [erhältlich als ETHB (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)],



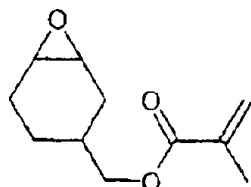
2-(3,4-Epoxy)cyclohexyl-5,5-spiro-3,4-epoxycyclohexylmethoxy [erhältlich als ERL-4234 (Union Carbide Corporation Handelsmarke)],



worin $n > 1$, 3',4'-Epoxy)cyclohexancarbonsäure-3,4-epoxycyclohexylmethylester-modifiziertes ϵ -Caprolacton [erhältlich in verschiedenen Molekulargewichten als Celloxide 2081, Celloxide 2083 und Celloxide 2085 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)],



(3,4-Epoxy)cyclohexyl)methylacrylat [erhältlich als Cyclomer A-200 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)] und

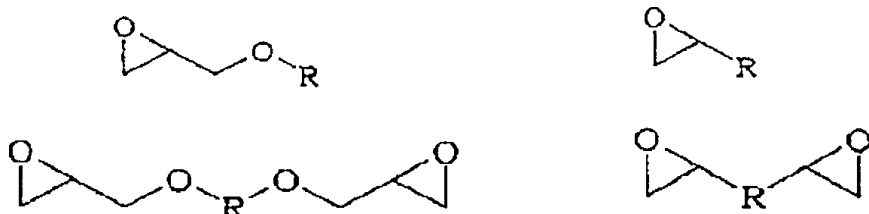


(3,4-Epoxy)cyclohexyl)methylmethacrylat [erhältlich als Cyclomer M-100 (Daicel Chemical Industries Ltd. Handelsmarke)].

[0016] Diese Materialien können auch einzeln oder als Gemische verwendet werden.

[0017] Die Epoxidharze können auch Polymere mit seitenständigen Epoxy- oder cycloaliphatischen Epoxidgruppen einschließen.

[0018] Das Epoxidharz in der Bindemittelformulierung kann auch die Mono- und Diepoxide der nachstehenden Strukturen einschließen:



worin R einen einwertigen oder zweiwertigen Rest, wie ein Alkyl mit bis zu etwa 14 Kohlenstoffatomen, beispielsweise Butyl, Heptyl, Octyl, 2-Ethylhexyl und dergleichen, einschließt. R kann auch Phenyl oder Alkylphenyl, wie beispielsweise Cresyl, t-Butylphenyl und Nonylphenyl, sein. R kann auch lineares oder verzweigtes Alkyl, wie beispielsweise Allyl, sein. R kann weiterhin zweiwertige lineare oder verzweigte Strukturen, die die Gruppen $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n$, $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n$ und dergleichen enthalten, worin n beispielsweise bis zu etwa 10 sein kann, sein. Unter den Beispielen können zitiert werden 1,4-Butandiol diglycidylether, Diethylenglycoldiglycidylether, 2,3-Bis(2,3-epoxypropoxy)-1-propanol und 1,3-Bis(2,3-epoxypropoxy)-2-propanol.

[0019] Diese Materialien sind üblicherweise verwendete, kommerziell erhältliche Epoxy-reaktive Verdünnungsmittel und funktionelle Modifizierungsmittel. Spezielle Beispiele davon können in Handbook of Composites, herausgegeben von George Lubin, Van Nostrand Reinhold Company, Inc., New York, NY (1982), Seiten 61 bis 63, und Shell Chemical Company technical brochure SC-1928-95, HELOXY® Epoxy Functional Modifiers, gefunden werden.

[0020] Bestimmte der Epoxymaterialien sind bei Raumtemperatur entweder hochviskose Flüssigkeiten oder Feststoffe. Deshalb wird es in Erwägung gezogen, dass die höherviskosen Materialien mit niederviskosen Epoxymaterialien oder mit reaktiven oder nicht-reaktiven Verdünnungsmitteln, wie nachstehend erörtert, vermischt werden können, um die gewünschte Viskosität zur Erleichterung des Verarbeitens zu erreichen. Erhitzen kann erforderlich sein, um die gewünschten Fließeigenschaften der ungehärteten Formulierung zu erreichen, jedoch sollten die Temperaturen nicht ausreichend hoch sein, um thermisches Härten der Epoxygruppe zu verursachen. Spezielle Gemische wurden gefunden, die eine gute Gesamtkombination von niedriger Viskosität im ungehärteten Zustand und hoher Glasübergangstemperatur, Biegefestigkeit und Modul, wenn gehärtet, aufweisen. Ein Gemisch, das erwähnt werden kann, ist ein halbfestes Hochleistungs-Epoxid, wie Tactix 556, mit niedrigviskosem Bisphenol A oder Bisphenol F, basierend auf Glycidyletherepoxiden, wie Tactix 123 bzw. Epon 861. Ein weiteres Gemisch, das erwähnt werden kann, ist ein alicyclisches Epoxy(meth)acrylat, wie Cyclomer A-200 oder Cyclomer M-100, das entweder einzeln oder in Anmischung mit einem teilweise (meth)acrylierten Epoxy, einem Divinylether, einer Polyol- oder Phenolverbindung, verwendet wird. Einige von diesen Gemischen sind in der Lage, Glasübergangstemperaturen oberhalb etwa 200°C, wenn gehärtet, zu erreichen. Diese Beobachtung ist sehr überraschend, wenn ein Vergleich mit ähnlichen Gemischen, die auf Limonendioxid (anstelle von dem vorstehenden Cyclomer) basieren, welche Glasübergangstemperaturen unterhalb etwa 170°C zeigen, gemacht wird. Solche Gemische mit niedriger Viskosität und hoher T_g werden auch durch Sprühauftragung verwendbar sein, um sehr dünne Folien für Beschichtungsauftragungen, Anhaftungsformulierungen, Potting, usw., zu erhalten.

[0021] Der Starter, der in der Bindemittelformulierung in einer Menge von etwa 0,1 bis 10 Gewichtsprozent der Formulierung angewendet wird, umfasst ein Oniumkation und ein Anion, das ein Komplexanion eines Metalls oder Metalloids enthält.

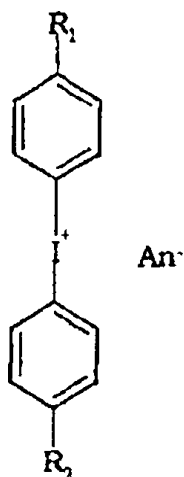
- Das Oniumkation kann einschließen:
- Diarylsalze der Elemente der Gruppe VIIa
- Triarylsalze der Elemente der Gruppe VIa
- Andere Oniumsalze von Elementen der Gruppe VIa
- Andere Oniumsalze, die durch ionisierende Strahlung aktiviert werden können
- und Kombinationen davon.

[0022] Das Anion-enthaltende Komplexanion eines Metalls oder Metalloids kann unabhängig ausgewählt sein aus den nachstehenden:

- BF_4^- , PF_6^- , SbF_6^- ,
- $\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4^-$, $\text{B}(\text{C}_4\text{H}_2(\text{CF}_3)_3)_4^-$ und anderen Boratanionen, wie in US-A-5 468 902 beschrieben, und Kombinationen davon.

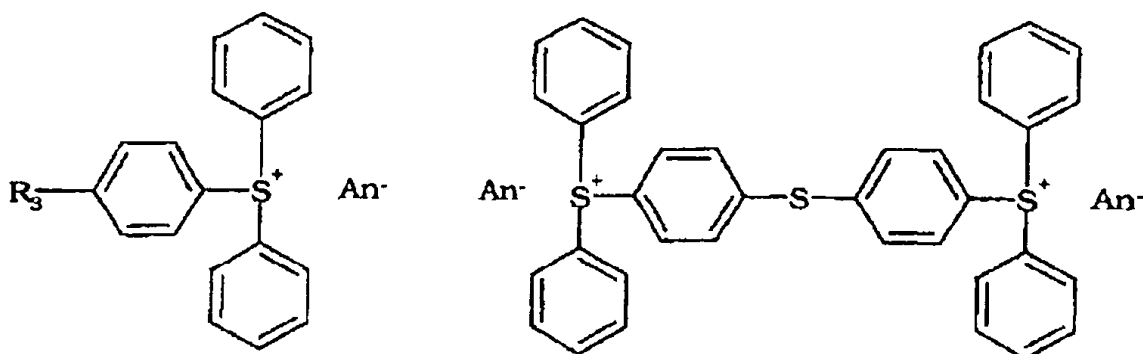
[0023] Der Starter für die vorliegende Erfindung ist ein Material, das eine positiv geladene Spezies (Kation), wenn ionisierender Strahlung unterzogen, erzeugt. Diese positiv geladene Spezies muss dann in der Lage sein, die kationische Polymerisation des Epoxy zu starten. Umfangreiche Forschung wurde der Entwicklung kationischer Photostarter (J. V. Crivello, Advances in Polymer Science, Band 62, Seite 1 (1984)) gewidmet. Kationische Starter reagieren, wenn sichtbarem oder ultraviolettem Licht einer besonderen Wellenlänge unterzogen, unter Erzeugen einer kationischen Spezies, typischerweise einer Brönstead-Säure. Es wurde vorher bestimmt, dass einige von diesen Startern auch reagieren, um Kationen zu erzeugen, wenn sie ionisierender Strahlung unterzogen werden. Diaryljodoniumsalze und Triarylsulfoniumsalze von bestimmten Anionen sind als Starter für ionisierende Strahlung, die durch kationische Polymerisation von Epoxiden induziert wurde, besonders wirksam.

[0024] Spezielle Beispiele von Diaryljodoniumsalzen werden durch die nachstehende Formel angegeben, worin R_1 und R_2 Reste sind, wie H, Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, tert-Butyl, Cl, Br, $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OC}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}_2\text{CO}_2\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CO}_2\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, $\text{OCH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CO}_2\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$, und Gemische davon, worin n eine ganze Zahl zwischen 0 und 18 ist:



[0025] An bedeutet das Anion, das Hexafluoroarsenat (AsF_6^-), Hexafluoroantimonat (SbF_6^-), Hexafluorophosphat (PF_6^-), Bortetrafluorid (BF_4^-), Trifluormethansulfonat (CH_3SO_3^-), Tetrakis (pentafluorophenylborat) ($\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4^-$) oder Tetrakis [3,5-bis(trifluoromethyl) phenylborat ($\text{B}[\text{C}_6\text{H}_3(\text{CF}_3)_2]_4^-$)) sein kann. Beispielsweise bedeutet in den Beispielen hierin verwendetes OPPI (4-Octyloxyphenyl)-phenyliodoniumhexafluoroantimonat ($\text{R}_1 = \text{H}$, $\text{R}_2 = \text{OC}_8\text{H}_{17}$, $\text{An}^- = \text{SbF}_6^-$). Dieser Starter kann von General Electric Corporation als Arylfluoroantimonat Produkt 479-2092 erhalten werden und wurde bei bestimmten Epoxidharzen als besonders wirksam gefunden. Jedoch wird erwartet, dass Starter mit anderen R_1 - und R_2 -Substituenten und anderen Diaryliodoniumsalzen, wie in US-A-5 144 051, 5 079 378 und 5 073 643 beschrieben, ähnliche Reaktivität zeigen.

[0026] Spezielle Beispiele für Triarylsulfoniumsalze werden durch die nachstehenden Formeln angegeben, worin R_3 H, Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, tert-Butyl, Phenylsulfid (PhS), Phenoxy (PhO) darstellt und An^- das Anion bedeutet, das das gleiche wie jenes der Diaryliodoniumsalze sein kann:



[0027] Beispiele für kommerziell erhältliche Triarylsulfoniumsalze sind Cyracure UVI-6974 und Cyracure UVI-6990, welche von Union Carbide Corporation erhältlich sind. Diese sind Gemische von den Triarylsulfoniumsalzen, die durch die Formel angegeben werden, worin R_3 Phenylsulfid darstellt und An^- die Hexafluoroantimonat- bzw. Hexafluorophosphatanionen darstellt. Degussa Corporation Degacure KI-85 und 3M Corporation FX-512 sind beides Gemische von Triarylsulfoniumhexafluorophosphatsalzen.

[0028] Thermisch aktivierte, kationische Starter, wie Benzyltetramethylsulfoniumsalze oder Benzyl(p-hydroxyphenyl)methylsulfoniumsalze können auch als Teil der Bindemittelformulierung eingeschlossen sein. Wenn angewendet, können diese Materialien in einer Menge von bis zu etwa 10 Gewichtsprozent der gesamten Bindemittelformulierung verwendet werden.

[0029] Reaktive Verdünnungsmittel können gegebenenfalls in der Formulierung in einer Menge von bis zu etwa 40 Gewichtsprozent der Formulierung angewendet werden. Diese schließen niedrigviskose Epoxide und Diepoxide, niedrigviskose Alkohole, Polyole und/oder Phenole, Vinylether, Vinylmonomere, cyclische Ether, wie Tetrahydrofuran, cyclische Carbonate und Ester, wie γ -Butyrolacton oder Propylencarbonat, Acrylate und Methacrylate, und Verbindungen, die mehr als eine reaktive Funktionalität in dem gleichen Molekül enthalten, ein.

[0030] Lösungsmittel können zu der Formulierung gegeben werden, um die Viskosität der vorgehärteten Formulierung für die gewünschte Anwendung einzustellen. Als allgemeiner Vorschlag – jedoch nicht allgemeingültig – würden die Lösungsmittel vor der Härtung durch ionisierende Strahlung durch Verdampfen (bei Raumtemperatur, unter Vakuum oder durch Erhitzen) aus der aufgetragenen Formulierungsfolie entfernt. Die Lösungsmittel können in Mengen im Bereich von bis zu etwa 90 Gewichtsprozent der Formulierung angewendet werden.

[0031] Alkohole (0 bis etwa 20 Gewichtsprozent), Polyole (0 bis etwa 50 Gewichtsprozent) und phenolische Verbindungen (0 bis etwa 40 Gewichtsprozent) können zu der Formulierung zum Modifizieren von ungehärteter Rheologie oder zum Verbessern der gehärteten Eigenschaften der Bindemittelformulierung gegeben werden.

[0032] Reaktive und nicht-reaktive Zähigkeitsmittel können gegebenenfalls in einer Menge von bis zu etwa 30 Gewichtsprozent der Formulierung zugegeben werden, um die Schlagbeständigkeit und den Modul der Bindemittelformulierung zu erhöhen. Reaktive Zähigkeitsmittel schließen Materialien ein, die Funktionalität aufweisen, die unter sauer katalysierten Bedingungen reagieren werden, wie Epoxy- und/oder Hydroxy-endständige Kautschuke. Nicht-reaktive Zähigkeitsmittel schließen Materialien ein, die keine Funktionalität aufweisen, welche unter sauer katalysierten Bedingungen reagieren wird, oder die schlecht unter solchen Bedingungen reagieren werden, wie Polybutadiene, Polyethersulfone, Polyetherimide und dergleichen.

[0033] Mineralfüllstoffe können in Mengen von bis zu etwa 70 Gewichtsprozent der Formulierung zugesetzt werden. Füllstoffe schließen Calciumcarbonat (etwas auf Kosten der Härtungsgeschwindigkeit), Aluminiumoxid, amorphes Siliziumdioxid, gebranntes Siliziumdioxid, Natriumaluminiumsilikat, Ton, usw., ein. Füllstoffe können oberflächenbehandelt sein, um die Füllfähigkeit zu erhöhen, die Anhaftung an dem Epoxidharz oder anderen Komponenten des Schleifkörperbindemittels zu verstärken und/oder, um die Eigenschaften der gehärteten Folie zu verbessern.

[0034] Der anzuwendende Schleifkörper kann in die Formulierung vor der Auftragung eingeschlossen sein oder kann auf die Bindemittelschicht nach ihrer Auftragung und vor dem Härten aufgetragen werden. Wenn in die Formulierung vor der Auftragung eingearbeitet, wird es in einer Menge von bis zu etwa 50 Gewichtsprozent der Formulierung angewendet. Schleifkörper kann gebranntes Aluminiumoxid, keramisches Aluminiumoxid, grünes Siliziumcarbid, Siliziumcarbid, Chromoxid, Aluminiumoxid-Zirkoniumoxid, Diamant, Eisenoxid, Ceroxid, kubisches Bornitrid, Borcarbid, Granat und Kombinationen davon einschließen. Beliebige andere synthetische oder natürliche Schleifkörper, die auf dem Fachgebiet bekannt sind, können auch verwendet werden. Die Verteilung des Schleifkörpers auf der Trägerschicht und deren mittlere Teilchengröße und Größenverteilung können herkömmlich sein. Sie können orientiert sein oder können ohne Orientierung aufgetragen werden.

[0035] Pigmente oder Farbstoffe können auch zu der Formulierung gegeben werden, um eine erwünschte Farbe oder Tönung zu erreichen. Solche Materialien können jene sein, die üblicherweise auf dem Fachgebiet angewendet werden und werden in Mengen von bis zu etwa 10 Gewichtsprozent der Formulierung verwendet.

[0036] Die Schleifkörperbindemittelformulierung kann für jede Schicht des beschichteten Schleifprodukts verwendet werden. Dies schließt die Bindemittelschicht, Deckschicht, Überdeckschicht, Vorderfüllung, Hinterfüllung und Tränkmassenschicht ein. Die Formulierung kann durch Stab-, Rakel-, Umkehrwalzen-, Kräuselwalzen-, Fallstrom- oder Schleuderbeschichten, oder durch Tauchen, Sprühen, Pinseln, oder durch ein beliebiges anderes Verfahren, das auf dem Fachgebiet üblich ist, aufgetragen werden. Die Formulierung kann als jene, die ein Verdünnungslösungsmittel enthält oder nicht enthält, aufgetragen werden.

[0037] Die Dicke von verschiedenen Beschichtungen wird, in Abhängigkeit davon, welche Beschichtung, z. B. Bindemittelschicht, Deckschicht, usw., vorliegt, variieren und von der Beschaffenheit der speziell angewendeten Formulierung. Es wird innerhalb des Fachwissens liegen, wie diese Dicken variiert werden müssen, um die gewünschten Eigenschaften der Beschichtung zu erreichen.

[0038] Der Träger für das Schleifprodukt kann jeder vom üblichen auf dem Fachgebiet sein, wie Tuch, Papier, Polymerfolie, wie ein Polymilchsäurefolie, vulkanisierter Kautschuk, Polyester, Cellulose oder eine Kombination von diesen. Tyvek[®]-, unbehandelte Mylar[®]- und Dupont J-behandelte Mylar[®]-Folien können besonders erwähnt werden.

[0039] Die durch ionisierende Strahlung gehärtete Bindemittelformulierung der vorliegenden Erfindung kann, wie vorstehend ausgewiesen, als beliebige Schicht des beschichteten Schleifprodukts verwendet werden. Sie kann auch in Kombination mit herkömmlicheren und vorher angewendeten Schichten verwendet werden. Beispielsweise kann ein Schleifprodukt der Erfindung die Bindemittelformulierung der vorliegenden Erfindung, die durch ionisierende Strahlung gehärtet wird, als Bindemittelschicht und eine üblichere Deckschicht, die durch ultraviolette Strahlung gehärtet wird, aufweisen. Auch ein Trägermaterial, das vorher mit einer Vorderschicht und Rückschicht ausgestattet wurde und durch herkömmliche Mittel gehärtet wurde, kann verwendet werden, und eine Bindemittelschicht, umfassend die vorliegende Bindemittelformulierung, kann darauf aufgetragen und durch ionisierende Strahlung gehärtet werden.

[0040] Härten (Vernetzen) der Epoxidfunktionalität in der vorliegenden Schleifmittelbindemittelformulierung wird durch Exposition ionisierender Strahlung vorliegen. Wenn die ionisierende Strahlungsquelle ein Elektronen-Strahl-(EB)-Beschleuniger ist, kann die Beschleunigerspannung etwa 150 keV bis etwa 10 Millionen eV sein. Die angewendete Dosis pro Durchgang kann im Bereich von etwa 1 mRad bis 20 mRad liegen. Der Beschleuniger kann pulsiert oder kontinuierlich vorliegen.

[0041] Die vorliegende Schleifbindemittelformulierung kann entweder, nachdem jede Bindemittelschicht aufgetragen ist, oder nachdem zwei oder mehrere Schichten aufgetragen sind, gehärtet werden. Schicht (en) kann/können untergehärtet sein, um vor der Auftragung der anschließenden Schichten mit der Endhärtung, die

durch Bestrahlung der anschließenden Schicht (en) erreicht wird, „abzubinden“. Die Strahlung kann entweder von der Oberschicht oder durch den Boden der Schleifkörper (durch den Träger) angewendet werden, obwohl erwartet wird, dass Härten durch den Träger des beschichteten Schleifgegenstand etwas Abbau des Trägermaterials ergeben kann.

[0042] Wahlweises thermisches Nachhärten der bestrahlten Schicht kann in einem Schritt oder in verschiedenen Schritten durch herkömmliche Verfahren ausgeführt werden.

[0043] Schichten, die ionisierender Strahlung nicht ausgesetzt wurden, können thermisch oder durch Ultraviolett- oder sichtbare Strahlung; d. h. nicht-teilchenförmige Strahlung mit einer Wellenlänge im Bereich von etwa 200 bis etwa 700 Nanometern, gehärtet werden.

[0044] Aus der vorangehenden Erörterung wird ersichtlich, dass die vorliegende Erfindung eine Verbesserung gegenüber den Dokumenten des Standes der Technik bereitstellt, die beim Lehren von beschichteten Schleifprodukten versagen, worin mindestens eine Schicht, einschließlich der Bindemittelschicht, der Deckschicht, der Überdeckschicht, der Vorderfüllung, der Hinterfüllung und der Tränkmassenschicht, eine wie hierin beschriebene, durch ionisierende Strahlung gehärtete Epoxidharzformulierung darstellt.

[0045] Die nachstehend angeführten Beispiele erläutern die Erfindung näher und sind aber nicht als die Erfindung ausfüllend zu interpretieren. Prozentwerte (%) werden in Gewichtsprozent angegeben.

[0046] Knoop-Härtezahlen für verschiedene EB-gehärtete Epoxidharze wurden gemessen. Ein wichtiger Faktor für gehärtetes Resolphenol, das vorher in beschichteten Schleifprodukten aufgetragen wurde, ist deren Knoop-Härte (40 bis 50 oder ungefülltes Harz) und hohe Glasübergangstemperaturen (T_g). Die vorliegenden, EB-gehärteten, kationischen Harze zeigen ausgezeichnete Knoop-Härtezahlen und ausgezeichnete thermische Eigenschaften (einschließlich hohe T_g) auf EB- oder γ -Strahlungshärte, wie in nachstehenden TABELLEN A und B gezeigt.

[0047] Die Knoop-Härtewerte wurden an einem Wilson Tukon Modell 300 Mikrohärte-Tester gemessen. Die Proben zum Härtesten wurden durch Beschichten der ungehärteten Formulierungen auf Mylar®-Folien mit Meyer-Stäben und EB-Härten bei der ausgewiesenen Dosis hergestellt.

[0048] Für die in den Tests angewendeten Materialien, die in TABELLE A und B und den Arbeitsbeispielen angeführt werden, wird die nachstehende Information bereitgestellt:

Abkürzung	Quelle	Zusammensetzung
Tactix 556	Dow Chemical Company	Glycidylether von Kondensationsprodukt von Dicyclopentadien und Phenol
THF	Aldrich	Tetrahydrofuran
OPPI	GE Silicones	Experimentelles Produkt 479-2992C (4-Octyloxyphenyl)-phenyl-jodonium-hexafluoroantimonat
Tactix 742	Dow Chemical Company	Triglycidylether von Tris(hydroxyphenyl)methan
EPON 862	Shell Chemical Company	Diglycidylether von Bisphenol F
GY 6010	Ciba Polymers	Diglycidylether von Bisphenol A
DVE-3	International Specialty Products	Triethylenglycoldivinylether
PY307-1	Ciba Polymers	Epoxyphenolnovolak
CYC M 100	Daicel Chemical Industries	(3,4-Epoxycyclohexyl)methylmethacrylat
SYLOID® 74x4500	W.R. Grace and Co.	Mikrogrößen-Siliziumdioxidgel
GY 285	Ciba Polymers	Diglycidylether von Bisphenol F
Poly BD 605	Elf Atochem North America	Polybutadien, Hydroxy-beendet
TCD-Alkohol		Dicyclopentadiendiol
DEN 431	Dow Chemical Company	Epoxyphenolnovolak
Tactix 123	Dow Chemical Company	Diglycidylether von Bisphenol A
DER 383	Dow Chemical Company	Diglycidylether von Bisphenol A
ERL 4205	Union Carbide Chemical Co.	Bis(2,3-epoxycyclopentyl)ether
CY 179	Ciba Polymers	3',4'-Epoxycyclohexylmethyl- 3,4-epoxycyclohexancarboxylat
DEN 438	Dow Chemical Company	Epoxyphenolnovolak
Uvacure 1500	UCB Chemicals Corp.	3',4'-Epoxycyclohexylmethyl-3,4-epoxycyclohexancarboxylat
Cyracure UV 6974	Union Carbide Chemicals and Plastics	Gemischte Triarylsulfoniumsalze, SbF ₆ -Gegenion, in 50%igem Propylencarbonat
Atochem 99-042	Elf Atochem North America	Experimentelles Olefin mit cycloaliphatischer Epoxidfunktionalität

TABELLE A

Formulierung	Spannung/Angewendete Dosis	Beispiel #	Knoop-Härte
Tactix 556 (96%) THF (2,2 %) OPPI (2,1 %)	195 keV/ 10 mRad (2. Durchgang, oben und Boden)	A-1	40
Tactix 742 (96%) THF (2,0 %) OPPI (2,0 %)	195 keV/ 10 mRad (2. Durchgang, oben und Boden)	A-2	28
Epon 862 (96%) THF (2,0 %) OPPI (2,0 %)	195 keV/ 10 mRad (2. Durchgang, oben und Boden)	A-3	25
GY6010/OPPI/DVE-3 (96/1,9/1,9)	195 keV/ 10 mRad	A-4	37
PY307-1/OPPI/DVE-3 (96/1,9/1,9)	195 keV/ 10 mRad	A-5	42
GY6010/CYC M100/OPPI/DVE-3 (76,9/19,2/1,9/1,9)	195 keV/ 10 mRad	A-6	44
DEN431/CYC M100/OPPI/DVE-3 (76,9/19,2/1,9/1,9)	195 keV/ 6 mRad	A-7	43
GY6010/Syloid 74x4500/OPPI/DVE-3 (74/14,8/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-8	40
GY285/Syloid 74x4500/OPPI/DVE-3 (74/14,8/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-9	47
GY6010/Poly BD605/OPPI/DVE-3 (80/16,3/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-10	40
GY6010/TCD-Alkohol/OPPI/DVE-3 (80/16/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-11	34
GY285/OPPI/DVE-3 (96/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-12	40
DEN431/OPPI/DVE-3 (96/1,9/1,9)	175 keV/ 8 mRad	A-13	41

TABELLE B

Formulierung	Thermische Eigenschaften		
	Tg (°C)	Arbeitstemperatur (°C)	Modul (E“) Gpa
Tactix 556 (60)/Tactix 123 (40)/OPPI 2phr	206	182	2,29
Tactix 556/OPPI 3phr	216	187	2,25
Tactix 742/OPPI 2phr	--	226	1,51
Tactix 742 (75)/DER 383 (25)/OPPI 2phr	242	203	1,41
DER 383/OPPI 2phr	183	143	1,29
ERL 4205/OPPI 2phr	148	133	1,46
ERL4205 (50)/Diglycidylether von Bisphenol A (50)/OPPI 3phr	192	147	1,30
Epon 862/OPPI 2phr	181	128	1,38
CY179/OPPI 1phr	223	161	1,30
DEN 438/OPPI 3phr	208	159	1,29
* Temperatur, bei der der Modul auf die Hälfte seines Werts bei 25°C fällt.			

ARBEITSBEISPIELE

[0049] Proben von beschichteten Schleifprodukten wurden unter Verwendung von EB-gehärteten Epoxidharzen hergestellt:

- Epoxyformulierungen, die für die „Bindemittelschicht“ verwendet wurden, wurden beschichtet auf
 - (a) unbehandelte Mylar®-Folie und
 - (b) Dupont J-behandelte Mylar®-Folie (Qualität 500J101).
- Die Bindemittelschicht wurde bei Raumtemperatur mit einem BYK Gardner-Applikator vom Stabtyp aufgetragen.
- Die Deckschichten wurden in zwei Abschnitten auf 21,6 × 28 cm Mylar®-Folien zu einer Feuchtdicke von 50 und 100 µm aufgetragen.
- Schleifkörper wurde auf die feuchte (nicht gehärtete) Harz-beschichtete Folie per Hand aufgetragen und der überschüssige Schleifkörper wurde abgeschüttelt.
- Schleifkörper war 220 (Körper) unbehandeltes Siliziumcarbid von K. C. Abrasive Company, Kansas City.
- Alle Schleiffolien wurden bei 175 keV, 8 mRad, EBgehärtet.
- Obwohl alle Folien in zwei Minuten oder weniger nach einem Durchgang bei 8 mRad klebrigkeitsfrei waren, wurden einige unter der EB ein zweites Mal bei 8 mRad durchgeleitet.
- Einige Folien wurden 90 Minuten bei 93°C nachgehärtet.
- Nach Härten der Bindemittelschicht wurde eine Deckschicht (Oberschicht) über die Bindemittelschicht, unter Halten der Schicht des Schleifkörpers, aufgetragen. Dies wurde mit einem Einwegfarbpinsel aufgetragen.
- Die Deckschicht wurde gehärtet durch
 - (a) UV (Schmelzhärtungssystem, 2"H" Lampen) oder
 - (b) EB (175 keV, 8 mRad).
- Für UV-Härten der Deckschicht wurden zwei Grunddeckschichtformulierungen verwendet: eine enthielt Uvacure 1500 + Sulfoniumsalzstarter, die andere enthielt ein GY 6010/Uvacure 1500 (2/1) Gemisch + Sulfoniumsalzstarter.
- Für EB-Härten von Deckschicht wurden drei verschiedene Deckschichtformulierungen verwendet: zwei enthielten Uvacure 1500 + Starter (Jodoniumsalz oder Sulfoniumsalz), eine enthielt ein GY 6010/Uvacure 1500 (2/1) Gemisch + Jodoniumsalz.
- Die UV-gehärteten Deckschichten wurden anfänglich in Abschnitten aufgetragen, um die Schmirgelfähigkeit des beschichteten Schleifkörpers zu vergleichen; ein Abschnitt wurde mit der GY 6010/Uvacure 1500 Formulierung beschichtet, ein Abschnitt war unbeschichtet, ein Abschnitt wurde mit der Uvacure 1500-Formulierung beschichtet.

- Die EB-gehärteten Deckschichten wurden in Abschnitten aufgetragen, um die Schmirgelfähigkeit des beschichteten Schleifkörpers zu vergleichen: ein Abschnitt wurde mit dem Uvacure 1500 + Sulfoniumsalzformulierung beschichtet, ein Abschnitt war unbeschichtet und ein Abschnitt wurde mit der Uvacure 1500 + Jodoniumsalzformulierung beschichtet.
- Um zu verifizieren, dass Epoxide vom Bisphenol-A-Typ für Deckschichten ebenso gut verwendet werden könnten, wurde ein beschichteter Schleifgegenstand mit der Formulierung, die GY 6010, Uvacure 1500 und Jodoniumsalzstarter enthält, deckbeschichtet.
- Der erhaltene beschichtete Schleifkörper wurde auf Holz, Polyethylen, Aluminium und Stahl getestet.

TABELLE 1

Deckschicht Bezeichnung	Deckschicht-Zusammensetzung () Gewichtsprozent
SC-1	GY6010(64,1)/Uvacure 1500(32,1)/Cyracure UVI 6974 (Triarylsulfoniumsalz) (3,8)
SC-2	Uvacure 1500(96,2)/Cyracure UVI 6974 (Triarylsulfoniumsalz) (3,8)
SC-3	Uvacure 1500 (98)/OPPI (Diaryljononiumsalz) (2)
SC-4	GY6010(65,3)/Uvacure 1500(31,1)/OPPI (Diaryljononiumsalz) (1,9)/DVE-3 (1,6)

TABELLE 2

EB-gehärteter, beschichteter Schleifkörper mit UV-gehärteten Deckschichten				
UV-Härtung erfolgte mit zwei Fusions-H-Lampen (118 W/cm) bei ausgewiesener Bandgeschwindigkeit. Dosis mit zwei H-Lampen bei 30 fpm ist ungefähr 1000-1200 mJ/cm².				
Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	# Durchgänge für EB-Härtung zur Herstellung von Beschichtung bei 175 keV, 8 mRad	90 min thermische Nachhärtung von Bindemittelschicht bei 93°C	Härtungsdosis für Abschnitt, deck- beschichtet mit SC-1	Härtungsdosis für Abschnitt, be- schichtet mit SC-2
UV-1	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	30 fpm, 2H Lampe
UV-2	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	30 fpm, 2H Lampe
UV-3	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	30 fpm, 2H Lampe
UV-4	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	30 fpm, 2H Lampe
UV-5	Eins	Nein	30 fpm, 2H Lampe	60 fpm, 2H Lampe
UV-6	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	60 fpm, 2H Lampe
UV-7	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	60 fpm, 2H Lampe
UV-8	Eins	Ja	30 fpm, 2H Lampe	60 fpm, 2H Lampe
UV-9	Zwei	Nein	SC-1 Beschich- tung nicht getestet	2 Durchgänge bei 30 fpm, 1H

TABELLE 3

Bindemittelschicht-Zusammensetzungen für EB-gehärtete, beschichtete Schleifkörper mit UV-gehärteten Deckschichten		
Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	Bindemittelschicht-Zusammensetzungen () Gewichtsprozent	Deckschicht-Zusammensetzung Bezeichnung
UV-1	GY6010(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-1
UV-2	GY6010(79,9)/Poly BD605 (16,3)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-2
UV-3	GY6010(87,4)/TCD-Alkohol (8,7)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-3
UV-4	GY6010(80,1)/Atochem 99-042 (16)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-4
UV-5	GY6010(79,9)/Poly BD605 (16,3)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-5
UV-6	GY6010(74)/Syloid 74x4500 (14,8)/CYC M100 (7,4)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-6
UV-7	GY285(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-7
UV-8	DEN 431 (96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-8
UV-9	GY285(74)/Syloid 74x4500 (14,8)/CYC M100 (7,4)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	MC-9

TABELLE 4

Ergebnisse von Schmirgeltests für EB-gehärtete, beschichtete Gegenstände mit UV-gehärteten Deckschichten

Beschichteter Gegenstand Bezeichnung	Nicht-Deckschicht Abschnitt	SC-1 deck- beschichteter Abschnitt Holz	SC-2 deckbeschichteter Abschnitt			
			Holz	Kunststoff	Aluminium	Stahl
UV-1	A	S	S	S	S	S
UV-2	A	Deckschicht zu dick	S+	S	S	S
UV-3	A	Deckschicht zu dick	S	S	S	S
UV-4	A	Deckschicht zu dick	S	S	S	S
UV-5	B	Deckschicht zu dick	S	S	S	S
UV-6	B	S	S	S	S	S
UV-7	A	S	S	S	S	S
UV-8	B+	S	S+	S	S	S
UV-9	A	Nicht ausge- führt	S+	S	S	S

[0050] Nicht-deckbeschichtete Abschnitte der Proben schmirgeln das Holz nicht gut (Schleifkörper wurde in den meisten Fällen schneller entfernt als Holz.)

[0051] A) Körper entfernt, keine oder wenig Arbeit entfernte (A ist schlechter als A).

[0052] B) Etwas Körper entfernt, jedoch auch etwas Arbeit entfernte (B+ ist besser als B).

[0053] S) Schmirgeln erfolgt ohne Verlust an Körper (S+ ist besser als S).

[0054] EB-gehärtete Deckschichten (nachstehende TABELLE 5): Alle EB-gehärteten Deckschichten wurden mit einem Durchgang bei 175 keV, 8 mRad, gehärtet.

[0055] Alle EB-gehärteten deckbeschichteten Proben waren 15 Sekunden oder weniger nach Exposition klebrigkeitsfrei.

[0056] Schleifverhalten: Alle Schleifkörper (jeweils einer) mit EB-gehärteter Deckschicht wurden in drei Teile geteilt. Ein Teil wurde mit SC-2 deckbeschichtet, ein Teil wurde mit SC-3 deckbeschichtet und das verbleibende Drittel des Schleifkörpers wurde nicht deckbeschichtet. Schleifprobe EB-7 hatte zwei Teile, die mit SC-4 oberflächenbeschichtet waren und der verbleibende Teil des Schleifkörpers war nicht deckbeschichtet.

TABELLE 5

Bindemittelschicht-Zusammensetzung von EB-gehärteten, beschichteten Schleifkörpern mit EB-gehärteten Deckschichten

Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	EB-Dosis von Bindemittelschicht bei 175 keV	Bindemittelschicht-Zusammensetzung Bezeichnung	Bindemittelschicht-Zusammensetzung () Gewichtsprozent	Substrat
EB-1	8 mRad	MC-1	GY6010(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-2	8 mRad	MC-7	GY285(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-3	8 mRad	MC-3	GY6010(87,4)/TCD-Alkohol (8,7)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-4	8 mRad	MC-6	GY6010(74)/Syloid 74x4500 (14,8)/CYC M100 (7,4)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-5	8 mRad	MC-4	GY6010(80,1)/Atochem 99-042 (16)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-6	8 mRad	MC-1	GY6010(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-7	8 mRad	MC-3	GY6010(87,4)/TCD-Alkohol (8,7)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	Unbehandeltes Mylar
EB-8	2 Durchgänge bei 8 mRad	MC-2	GY6010(79,9)/Poly BD605 (16,3)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-9	2 Durchgänge bei 8 mRad	MC-1	GY6010(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-10	2 Durchgänge bei 8 mRad	MC-6	GY6010(74)/Syloid 74x4500 (14,8)/CYC M100 (7,4)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-12	8 mRad	MC-10	GY6010(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar

Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	EB-Dosis von Bindemittelschicht bei 175 keV	Bindemittelschicht-Zusammensetzung Bezeichnung	Bindemittelschicht-Zusammensetzung () Gewichtsprozent	Substrat
EB-13	8 mRad	MC-7	GY285(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-14	8 mRad	MC-7	GY285(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-15	8 mRad	MC-8	DEN431(96)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar
EB-16	8 mRad	MC-6	GY6010(74)/Syloid 74x4500 (14,8)/CYC M100 (7,4)/OPPI (1,9)/DVE-3 (1,9)	DuPont 500J101 oberflächen- behandeltes Mylar

TABELLE 6

Ergebnisse von Schmirgeltests für EB-gehärtete beschichtete Schleifkörper mit EB-gehärteten Deckschichten

Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	SC-2 deckbeschichteter Abschnitt				SC-3 deckbeschichteter Abschnitt			
	Holz	Kunststoff	Aluminium	Stahl	Holz	Kunststoff	Aluminium	Stahl
EB-1	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-2	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-3	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-4	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-5	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-6	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-8	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-9	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-10	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-11	S	S	S	B	S	S	S	B
EB-12	S	S	S	B+	S	S	S	B+
EB-13	S	S	S	B+	S	S	S	B+
EB-14	S	S	S	B	S	S	B	B
EB-15	S	S	S	B+	S	S	S	B
EB-16	B+	S	S	B	B+	S	B	B

B) Etwas Körper entfernt, jedoch etwas Arbeit entfernte auch. (B+ ist besser als B).

S) Schmirgeln erfolgt ohne Verlust an Körper.

EB-7: Beschichtet mit SC-4, schmirgelte Holz, Kunststoff und Aluminium. Schmirgelte Stahl mit Verlust an Körper (B). Nicht-deckbeschichteter Teil schmirgelte mit Verlust an Körper (B).

TABELLE 7

Holz-Schmirlgel-Test Ergebnisse für nicht-beschichteten Schleifkörper					
Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	Ergebnis	Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	Ergebnis	Beschichteter Schleifkörper Bezeichnung	Ergebnis
EB-1	A	EB-6	B	EB-12	A
EB-2	B	EB-8	A	EB-13	A
EB-3	A	EB-9	B	EB-14	A-
EB-4	B	EB-10	B	EB-15	B
EB-5	A	EB-11	B+	EB-16	A

A) Körper entfernt, keine oder minimale Arbeit entfernte ((A- ist schlechter als A).

B) Etwas Körper entfernt, jedoch etwas Arbeit entfernte auch (B+ ist besser als B).

[0057] Alle EB-gehärteten deckbeschichteten Proben waren 15 Sekunden oder weniger nach der Exposition klebrigkeitsfrei.

[0058] Die nicht-deckbeschichteten Proben schmirlgelten das Holz nicht gut (Schleifkörper wurde in den meisten Fällen schneller als Holz entfernt).

[0059] Außerdem wurde gezeigt, dass Calciumcarbonat als Füllstoff, als Formulierung EB-17, verwendet werden konnte, welcher 18,6% Calciumcarbonat, 78% GY 6010 und 1,9% OPPI enthielt, klebrigkeitsfrei war, wenn mit 175 keV, 8 mRad, bestrahlt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines beschichteten Schleif-Produkts, wobei das Verfahren die Schritte umfasst von:

- (a) Auftragen einer Bindemittelschicht aus harzartigem Bindemittel auf einen Träger;
- (b) Auftragen von Schleifkörnern auf die Bindemittelschicht;
- (c) teilweises Härten der Bindemittelschicht, sodass die Körner dadurch getragen werden und daran haften;
- (d) Auftragen einer Deckschicht aus harzartigem Bindemittel auf die teilweise gehärtete Bindemittelschicht;
- (e) gegebenenfalls Auftragen darauf einer Tränkmassenschicht, Vorderseitenschicht, Rückseitenschicht oder einer Kombination dieser wahlweisen Schichten; und
- (f) vollständiges Härten des Aufbaus zur Bildung des Schleif-Produkts;

wobei das Verfahren **dadurch gekennzeichnet** ist, dass

- (i) mindestens eine der Schichten eine Epoxidharzformulierung umfasst, welche mindestens ein Epoxidharz und mindestens einen kationischen Oniumsalzstarter umfasst;
- (ii) in mindestens einem der Härtungsschritte mindestens eine der in (i) definierten Schichten mit ionisierender Strahlung, ausgewählt aus Elektronenstrahlen, γ -Strahlen und Röntgenstrahlen, zur Bildung von mindestens einem Epoxykation in der Schicht bestrahlt wird, die dann zur Härtung der Schicht kationische Polymerisation eingeht; und
- (iii) wobei das Verfahren keinen thermischen Härtungsschritt beinhaltet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Epoxidharzformulierung das Epoxidharz in einer Menge von 1 bis 99,5 Gew.-% der Gesamtformulierung und den kationischen Oniumsalzstarter in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% der Gesamtformulierung umfasst.

3. Verfahren nach einem vorangehenden Anspruch, wobei die Bindemittelschicht aus der Epoxidharzformulierung gebildet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei die Bindemittelschicht mindestens eines umfasst von: Diglycidylether von Bisphenol A; Diglycidylether von Bisphenol F; einem Epoxyphenolnovolakharz; (3,4-Epoxy-cyclohexyl)me-

thylacrylat oder (3,4-Epoxycyclohexyl)methylmethacrylat.

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei die Bindemittelschicht weiterhin Hydroxy-endständiges Polybutadien umfasst, wenn ein Diglycidylether von Bisphenol A vorliegt.

6. Verfahren nach einem vorangehenden Anspruch, wobei die Deckschicht aus der Epoxidharzformulierung gebildet wird.

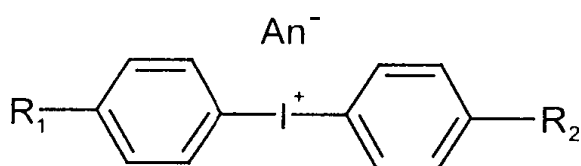
7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei die Epoxidharzformulierung durch Ultraviolett-Strahlung härtbar ist.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, wobei die Deckschicht mindestens eines umfasst von: (3,4-Epoxy-cyclohexyl)methylacrylat; (3,4-Epoxycyclohexyl)methylmethacrylat; oder 3',4'-Epoxycyclohexylmethyl-3,4-epoxy-cyclohexancarboxylat.

9. Verfahren nach einem vorangehenden Anspruch, wobei die Epoxidharzformulierung zusätzlich auf Gew.-% der Formulierung enthält:

- a) bis zu 40% eines reaktiven Verdünnungsmittels, ausgewählt aus niedrigviskosen Epoxiden und Diepoxiden, Alkoholen, Polyolen und/oder Phenolen, Vinylethern, Vinylmonomeren, cyclischen Ethern, Carbonaten und Estern und (Meth)acrylaten;
- b) bis zu 30% eines reaktiven schlagzäh machenden Mittels mit einer Funktionalität, die unter sauer katalysierten Bedingungen reagieren wird, oder eines nicht-reaktiven schlagzäh machenden Mittels, ausgewählt aus Polybutadienen, Polyethersulfonen und Polyetherimiden;
- c) bis zu 70% von mindestens einem Füllstoff, ausgewählt aus Calciumcarbonat, Aluminiumoxid, Siliciumdioxid, Natriumaluminiumsilicat und Ton;
- d) bis zu 50% von zusätzlichen Schleifkörnern; und/oder
- e) bis zu 10% von mindestens einem Pigment oder Farbstoff.

10. Verfahren nach einem vorangehenden Anspruch, wobei der kationische Oniumstarter ein Diaryljodoni-umsalz der Formel



ist, worin R_1 und R_2 H, Methyl, Ethyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, tert -Butyl, C1, Br, C_nH_{2n+1} , OC_nH_{2n+1} , $OCH_2CH(CH_3)C_nH_{2n+1}$, $OCH_2CH(C_2H_5)C_nH_{2n+1}$, $OCH_2CH(OH)C_nH_{2n+1}$, $OCH_2CO_2C_nH_{2n+1}$, $OCH(CH_3)CO_2C_nH_{2n+1}$, $OCH(C_2H_5)CO_2C_nH_{2n+1}$ und Gemische davon darstellen, wobei n eine ganze Zahl zwischen 0 und 18 ist und An^- ein Anion, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus AsF_6^- , SbF_6^- , PF_6^- , BF_4^- , $CF_3SO_3^-$, $B[C_6F_5]_4^-$ und $B[C_6H_3(CF_3)_2]_4^-$, darstellt.

11. Verfahren nach Anspruch 10, wobei der Starter (4-Octyloxyphenyl)-phenyljodoniumhexafluoroantimonat ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen