



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **301078**

(13) B1

(51) Int Cl<sup>6</sup> C 08 K 5/43, C 09 D 7/12

## Patentstyret

---

(21) Søknadsnr	911652	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	25.04.91	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	25.04.91	(30) Prioritet	26.04.90, US, 512041
(41) Alm. tilgj.	28.10.91		
(45) Meddelt dato	08.09.97		
(73) Patenthaver	American Cyanamid Co, One Cyanamid Plaza, Wayne, NJ 07470-8426, US		
(72) Oppfinner	Jeno G. Szita, Norwalk, CT, US Subban Ramesh, Stamford, CT, US William Jacobs III, Bethel, CT, US John Colin Brogan, Stamford, CT, US		
(74) Fullmektig	Dag Dawes, Bryn & Aarflot AS, 0104 OSLO		

---

(54) **Benevnelse**                    **Herdbare blandinger inneholdende sulfonimidkatalysatorer, katalysator/tverrbinder-kombinasjon og fremgangsmåte til belegging av substrater**

(56) **Anførte publikasjoner**    Ingen

(57) **Sammendrag**

Sulfonimidherdekatalysatorer blir anvendt med aminoplast-tverrbindingmidler og harpikser som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingmidler for fremstilling av varmeherdbare blandinger som er i stand til å tverrbinde seg for å danne belegg og gjenstander. Flytende eller faste herdbare blandinger kan fremstilles. Faste sulfonimidkatalysatorer anvendt i kombinasjon med tverrbindingmidler av typen fast glykoloril er godt egnet for pulverbeleggingssystemer som inneholder hydrokso- og karboksylfunksjonelle harpikser.

Denne oppfinnelse vedrører herdbare blandinger inneholdende katalysator/tverrbinder-kombinasjon, og fremgangsmåte for belegging av substrater.

Alkyl- og aryl-sulfonsyrer har funnet anvendelse i industrien som "sterksyre"-katalysatorer som er i stand til å aktivere syre-følsomme herdbare blandinger for fremstilling av herdede belegg, formstøpte gjenstander eller klebemidler.

U.S. patent 3.927.141 og U.S. patent 4.118.437 beskriver pulverbeleggblandinger som inneholder alkoksyalkylgruppebærende aminoplaster som herdes med en syrekatalysator omfattende sulfonsyrer, og U.S. 4.064.191 beskriver organiske løsningsmiddelbaserte blandinger derav.

Det er vel kjent i teknologien at sterke syrer såsom sulfonsyrer vanligvis gir rask herding. Det antydes imidlertid i U.S. 4.031.036 at syrestyrken alene ikke alltid bestemmer effektiviteten av en katalysator i komplekse reaksjoner. I mange tilfeller vil sterke syrer frembringe mindre enn "jevne" overflater som har et "sandpapir-lignende" utseende. P.g.a. den ekstreme reaktivitet av sulfonsyre-katalysatorer har herdbare pulvere som inneholder disse dessuten vært utilfredsstillende p.g.a. dårlig lagringsstabilitet. Den dårlige lagringsstabilitet henger sammen med romtemperaturtverrbinding av de herdbare pulvere katalysert av de ekstremt sterke sulfonsyre-katalysatorer. Som resultat vil lavtemperaturreaksjonen ofte forårsake klumping og sintring eller smelting av den pulverformige harpiks. Disse er uønsket fordi de svekker fluidisering av pulveret under anvendelsen, hvilket bidrar til fremstilling av ikke-jevne belegg med redusert glans.

Som en delvis løsning for lavtemperaturtverrbinding beskriver U.S. 4.510.290 og U.S. 4.281.075 anvendelse av latent-reaktive sulfonsyre-katalysatorer såsom hhv. benzoin-tosylater og beta-hydroksytosylater. Kjemien for de beta-hydroksytosylatlatente syrekatalysatorer er beskrevet i *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.*, 22, 440 (1983). Selv om latent-katalysatormetoden forbedrer lagringstiden for de herdekatalysatorholdige pulverbeleggblandingene, har de samlede filmegenskaper og utseende av de herdede filmene ikke vært noe

bedre enn ikke-latente sulfonsyre-katalyserte systemer, fordi den aktive katalysator i begge systemer er den samme: en sulfonsyre.

Pulverbeleggteknologien domineres av isocyanat-tverrbundede og epoksydtverrbundede reaksjonssystemer som er relativt dyre. Forbedrede tverrbindingsystemer basert på aminoplastharpikser tilbyr kostnadsattraktive alternative pulverbeleggformuleringer når de anvendes i kombinasjon med faste komponenter.

Denne oppfinnelse tilveiebringer sulfonimider som forbedrede katalysatorer som kan anvendes ved herding av aminoplast-tverrbindbare harpiksblandinger som kan anvendes spesielt i pulverbelegg/formuleringer.

Denne oppfinnelse vedrører en herdbar blanding omfattende

- (i) en herdekatalysator,
- (ii) en tverrbindingsmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingsmiddel inneholdende minst 2 tverrbindbare grupper, og

(iii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingsmidler, karakterisert ved at herdekatalysatoren er et sulfonimid.

Denne oppfinnelse vedrører også en katalysator/tverrbinder-kombinasjon som egner seg for innblanding med en aminoplast-tverrbindbar harpiks. Katalysator/tverrbinder-kombinasjonen omfatter

- (a) en partikkelformig herdekatalysator, og
- (b) et partikkelformig aminoplast-tverrbindingsmiddel inneholdende minst to tverrbindbare grupper, karakterisert ved at den partikkelformige herdekatalysator er et partikkelformig sulfonamid, og at vektforholdet (a):(b) er fra 1:4 til 1:400.

Denne oppfinnelse vedrører også en fremgangsmåte for beleggning av substrater ved å kontakte nevnte substrat med en beleggblending omfattende

- (i) en herdekatalysator,
- (ii) en tverrbindingsmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingsmiddel inneholdende minst 2 tverrbindbare grupper,

(iii) er flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingsmidler, og

(iv) et flytende medium,

5 karakterisert ved at det som herdekatalysator anvendes et sulfonamid.

#### HERDBARE BELEGGBLANDINGER

Den herdbare blandingen ifølge denne oppfinnelse omfatter:

10 (i) en sulfonimidherdekatalysator ifølge denne oppfinnelse,

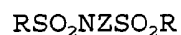
(ii) en tverrbindingsmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingsmiddel inneholdende minst 2 tverrbindbare grupper,

15 (iii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplasttverrbindingsmidler,

(iv) eventuelle bestanddeler.

#### SULFONIMIDHERDEKATALYSATORER

20 De nye herde-katalysatorer ifølge denne oppfinnelse kan representeres ved formelen:



hvor i hver av R-gruppene uavhengig er:

25 (1) en lineær, forgrenet, cyklisk alkyl-, fluoralkyl-, N,N-dialkylaminogruppe med 1 til 20 karbonatomer, eller blandinger derav;

eller

30 (2) en arylgruppe med 1 til 20 karbonatomer som inneholder 5 eller færre aromatiske eller heterocykliske aromatiske ringer substituert med  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  og  $R^5$  grupper, hvori  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  og  $R^5$  gruppene er de samme eller forskjellige grupper valgt fra en gruppe bestående av hydrogen, fluor, alkyl, fluoralkyl, aryl, halogenaryl, karboksy, 35 merkupto, vinyl, klor, brom, cyano, nitro, sulfonyl, acyl, alkoksykarbonyl, alkoksy, perfluoralkoksy, hydroksy, amino, acylamino, alkoksykarbonylamino, karbamoyl, aminokarbonyl, N-

alkylaminokarbonyl og *N,N*-dialkylaminokarbonyl-grupper; eller

- (3) en aralkylgruppe hvori alkyl- og arylgruppene har den samme betydning som alkyl- og aryl-gruppene (1) og (2) ovenfor; og

hvori Z-gruppen i formelen er:

(4) hydrogen,

(5) acyl eller

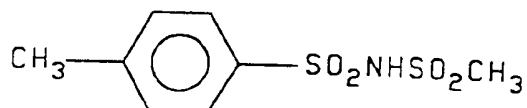
(6) en alkyl- eller en aralkylgruppe med 1 til 20 karbonatomer.

Slike sulfonimider er beskrevet i DeChristopher, P.J., et al., J. Amer. Chem. Soc., Vol. 91 (9), p. 2384 (1969) og Curtis, V.A., et al., Tetrahedron Lett., Vol. 12, p. 199 (1981).

Alkyl- eller aralkylgrupper ifølge (6) som foretrekkes som substituenten Z er de som inneholder minst ett hydrogen i  $\beta$ -stilling til tilknytningspunktet for alkylgruppen til nitrogenet i sulfonimidet, slik at det ved nukleofil deacyleringsreaksjon av det acylerte sulfonimid eller ved varme-aktivert eller base-katalysert eliminering eller nukleofil forskyvningsreaksjon av det alkylerte sulfonimid, oppnås et usubstituert sulfonimid, hvilket sulfonimid er representert ved følgende formel:

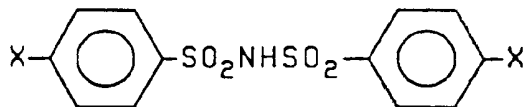


Spesielt anvendbare er sulfonimidherdekatalysatorene som inneholder både alkyl- og arylgrupper, slik som representert ved formelen:



hvori alkylgruppen gir løselighet og arylgruppen bidrar til det høyere smeltepunkt. Denne kombinasjon av substituenten frembringer en fast herdekatalysator som er godt egnet for pulverbelegganvendelser.

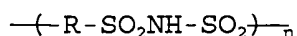
Diarylsulfonimider er på lignende måte godt egnet for pulverbelegganvendelser p.g.a. sitt høyere smeltepunkt. Spesielt anvendbar i denne oppfinnelse er det para-substituerte diarylsulfonimid, med formelen:



5 hvori X er valgt fra en gruppe bestående av hydrogen, klor, metyl, nitro, amino, cyano, alkoksykarbonyl, karboksyl, acyl, N-alkylaminokarbonyl, og N,N-dialkylaminokarbonylgrupper.

Sulfonimider inneholdende flere imidgrupper er også anvendbare som katalysatorer i blandingene ifølge denne oppfinnelse, og kan være av to typer:

1. Lineære flerfunksjonelle sulfonimider, representert ved formelen:



15 hvori n-grupper i  $\text{-(R-SO}_2\text{NH-SO}_2\text{)}_n$ -enhetene kan være de samme eller forskjellige, og R-gruppen i hver av n-enhetene uavhengig er valgt fra gruppen bestående av:

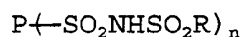
a. en lineær, forgrenet eller cyklisk eller fluoralkylengruppe med 1 til 20 karbonatomer; eller

20 b. en arylengruppe med 1 til 20 karbonatomer inneholdende 5 eller færre karbocykliske eller heterocykliske aromatiske ringer substituert med  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  og  $R^5$  grupper, hvori  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  og  $R^5$  gruppene er de samme eller forskjellige grupper valgt fra en gruppe bestående av hydrogen, fluor, alkyl, fluoralkyl, aryl, halogenaryl, karboksy,

25 merkapto, vinyl, klor, brom, cyano, nitro, sulfonyl, acyl, alkoksykarbonyl, alkoksy, perfluoralkoksy, hydroksey, amino, acylamino, alkoksykarbonylamino, karbamoyl, aminokarbonyl, N-alkylaminokarbonyl, og N,N-dialkylaminokarbonylgrupper; eller

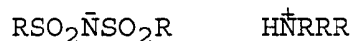
30 c. en aralkylengruppe hvori alkylen- og arylengruppene har den samme betydning som alkylen og arylengruppene (a) og (b) ovenfor; og hvori n eller 2 eller mer; og

2. Tilknyttede flerfunksjonelle sulfonimider, representert ved formelen:



35 hvori P er enten en flerfunksjonell gruppe eller en polymer kjede med en molekylvekt større enn 500, og R er en alkyl- eller arylgruppe med 1 til 20 karbonatomer, og n er 2 eller mer.

Aminsaltene av sulfonimidene ifølge denne oppfinnelse kan også anvendes som latent-reaktive herdekatalysatorer i blandingene ifølge denne oppfinnelse. De er representert ved formelen:



hvor R-gruppene uavhengig er:

a. en lineær, forgrenet eller cyklisk alkyl- eller fluoralkyl-gruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer, eller en blanding derav; eller

b. en arylgruppe med 1 til 20 karbonatomer inneholdende 5 eller færre karbocykliske eller heterocykliske aromatiske ringer substituert med  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$ ,  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$  og  $\text{R}^5$  grupper, hvori  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$ ,  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$  og  $\text{R}^5$  gruppene er de samme eller forskjellige grupper valgt fra en gruppe bestående av hydrogen, fluor, alkyl, fluoralkyl, aryl, halogenaryl, karboksy, merkpto, vinyl, klor, brom, cyano, nitro, sulfonyl, acyl, alkoksykarbonyl, alkoksy, perfluoralkoksy, hydroksy, amino, acyl-amino, alkoksykarbonylamino, karbamoyl, aminokarbonyl, N-alkylaminokarbonyl og N,N-dialkylaminokarbonylgrupper eller

c. en aralkylgruppe hvori alkyl- og aryl-gruppene har den samme betydning som alkyl- og aryl-gruppene i (a) og (b) ovenfor.

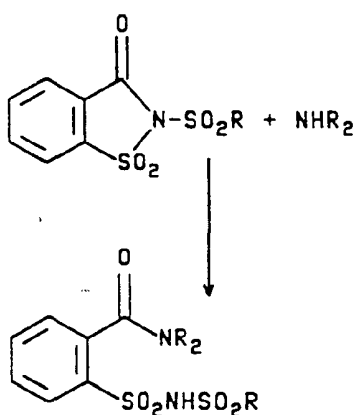
En, to, eller alle tre R-gruppene i amindelen av sulfonimidene kan erstattes med ett, to eller tre hydrogenatomer for å gi hhv. sekundære ammonium-, primære ammonium-, eller ammoniumsalter. Som tertiæreaminsalter kan disse anvendes i blandinger ifølge oppfinnelsen som latent-reaktive herdekatalysatorer.

R-gruppen iaminsaltene ovenfor kan dessuten uavhengig avbrytes og substitueres med heteroatomer eller heteroatomholdige grupper for å frembringeaminsalter såsom slike som er avledet av N,N-dimetyletanolamin, trietanolamin, morfolin, 2-amino-2-metyl-1-propanol, N,N-dimetyletanolamin, N-metyldietanolamin, etanolamin, dietanolamin, o.l..

De foretrukneaminsalter ifølge oppfinnelsen er avledet av relativt lavmolekylære aminer som er tilstrekkelig flyktige til å gjøre det lettere å støte ut de frie aminer fra de herdete belegg enten før eller under herdeprosessen.

Eksempler på de flyktige aminer er trietanolamin, diisopropylamin, triisopropylamin, i tillegg til de heteroatomholdige aminer nevnt ovenfor.

Sulfonimidherdekatalysatoren ifølge denne oppfinnelsen kan ta en latent reaktiv form såsom et N-sulfonyl-substituert sakkarin som senere omsettes med en nukleofil såsom ammoniakk, primære eller sekundære alkoholer, merkaptaner eller aminer. F.eks.:



hvor R er en alkyl eller arylgruppe såsom vist i referansen:

20 Imai, Y. et. al., Nippon Kagaku Kaishi, No. 1., p. 111 (1982).

Molekylvekten for sulfonimidherdekatalysatoren som anvendes i tverrbinder/katalysatorbestanddelen, er fortrinnsvis høy nok til å gjøre sulfonimidkatalysatoren til et fast stoff ved omgivende temperaturer, og mer fortrinnsvis til et fast stoff ved temperaturer over omgivende temperatur (nemlig ca. 40°C) såsom dem som man kan støte på i kommersielle lagrings- eller transportmiljø i anleggene.

Sulfonimidkatalysatorene fremstilles vanligvis ved omsetning av sulfonylklorider med et sulfonamid i nærvær av en base. Typiske fremstillingsmetoder er beskrevet i U.S. patentene nr. 3.052.656 og 4.510.324, de vest-tyske patenter nr. 765.789, 1.265.157 og 1.235.300, og DDR patent nr. 9.132.

#### 35 TVERRRBINDINGSMIDLER

Tverrbindingsmidler ifølge denne oppfinnelse er aminoplasttverrbindere som vanligvis anvendes i belegg, formstøp og klebemidler. Betegnelsen "aminoplast" defineres heri som

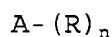
en gruppe harpikser fremstilt ved omsetning av en amino-  
 gruppeholdig forbindelse og et aldehyd.

Omsetningsproduktet av aminogruppeholdige forbindelser  
 og aldehyder blir ofte omsatt videre med en alkohol for å  
 frembringe delvis eller fullstendig alkylerte derivater.  
 Disse derivater er innbefattet i "aminoplast"-definisjonen  
 gitt ovenfor.

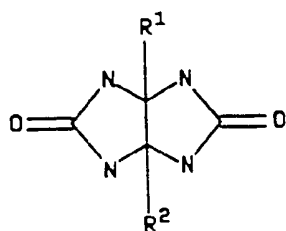
Betegnelsen "aminoplast" som anvendt i sammenheng med  
 denne oppfinnelse, innbefatter også fenoplaster (fenol-  
 harpikser), spesielt harpikser av resoltypen som er reak-  
 sjonsproduktet av fenol og et aldehyd, og har den ytterligere  
 egenskap at det inneholder tilknyttede hydroksymetyl- eller  
 alkoksymetylgrupper. Resolharpikser og resolerte Novolak-  
 harpikser er eksempler på fenoplaster som egner seg som  
 tverrbindingsmidler (se Kirk-Othmer, "Encyclopedia of  
 Chemical Technology", Vol. 17, 3. utgave, sidene 384-390  
 (1985) og "Encyclopedia of Polymer Science and Engineering",  
 Vol. 11, 2. utgave, utgitt av Mark, Bikales, Overberger og  
 Menges, (1985) sidene 45-57. Kommersielt tilgjengelige  
 fenoplaster er Bakelite® Phenolic Baking Resins som selges av  
 Union Carbide Company, Danbury, CT, (U.S.A.).

Ved fremstilling av aminoplaster fra aminogruppeholdige  
 forbindelser og aldehyder og påfølgende alkylering, blir det  
 ofte oppnådd dimere og oligomere produkter som skriver seg  
 fra selv-kondensasjonsreaksjon. Disse oligomere selv-  
 kondensasjonsprodukter er også innbefattet i "aminoplast"-  
 definisjonen gitt ovenfor.

Aminoplast-tverrbindingsmidlene ifølge denne oppfinnelse  
 kan representeres ved formelen:

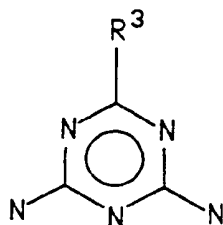


hvor i A-gruppen i  $A-(R)_n$  er et n-funksjonelt polyaminoanker-  
 molekyl bundet til n(R)-gruppene via nitrogenatomene og inn-  
 befatter følgende systemer representert ved formlene:



hvor  $R^1$  og  $R^2$  uafhængig er hydrogen, alkyl eller aryl-grupper med 1 til 10 karbonatomer;

5 (b)



10

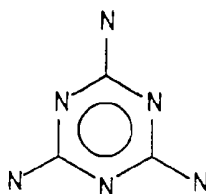
hvor  $R^3$  er en alifatisk eller cykloalifatisk alkyl-gruppe med 1 til 10 karbonatomer, såsom metyl, etyl, butyl, cykloheksyl o.l.; eller

$R^3$  er en aromatisk gruppe med 1 til 10 karbonatomer, såsom fenyl, tolyl, naftyl o.l.; eller

15

$R^3$  er en aralkylgruppe med 1 til 10 karbonatomer, såsom benzyl, kumyl o.l.;

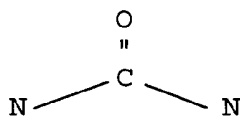
20 (c)



;

25

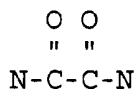
(d)



;

30

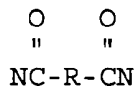
(e)



;

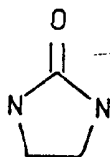
35

(f)



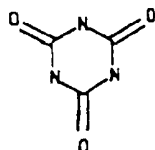
hvor  $R$  er et alkylen eller et arylen med 1 til 10 karbonatomer;

40 (g)

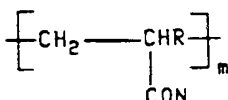


;

(h)



- (i) homopolymerer som inneholder akrylamidenheter med formelen:



10 hvori R er hydrogen eller alkyl og m er større enn 2, og kopolymerer derav;

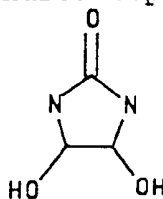
(j) polykarbamater;

(k) polyhydantoiner;

(l) polyamider;

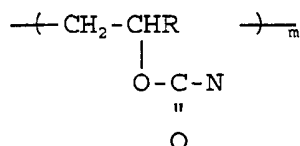
15 (m) dialkoksyetylenureaforbindelser;

(n) dihydroksyetylenurea representert ved formelen:



20

- (o) homopolymerer som inneholder karbamatenheter med formelen:



25

hvori R er hydrogen eller alkyl, og m er større enn 2, og kopolymerer derav;

- 30 (p) blandinger av hvilke som helst av (a) til og med (o); og

hvori R-gruppen i A-(R)<sub>n</sub> er hydrogen, eller en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer, eller en tverrbindbar gruppe såsom -CH<sub>2</sub>OH og -CH<sub>2</sub>OR<sup>4</sup> hvori R<sup>4</sup> er en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer eller en aminoplastgruppe-holdig oligo-  
 35 mergruppe forutsatt at det samlede antall av de tverrbindbare gruppene for hvert aminoplast-tverrbindingsmiddel er minst 2, og fortrinnsvis mer enn 2; og  
 hvori n i A-(R)<sub>n</sub> er den samlede funksjonalitet av polyamino-  
 40 ankermolekylet A, og er 2 eller større.

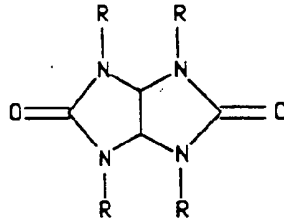
De foretrukne tverrbindingsmidler ifølge denne oppfinnelse er i alt vesentlig fullstendig foretret, i alt vesentlig fullstendig metylolert, i alt vesentlig monomere aminoplasttverrbindere som vanligvis anvendes i belegg-  
5 industri. De karakteriseres ved at de har minst 2, fortrinnsvis mer enn 2 tverrbindbare grupper per tverrbindermolekyl. Det er vel kjent i teknologien at det minimale antall tverrbindbare funksjonelle grupper som er nødvendig for å gjennomføre tverrbinding er 2, forutsatt at det amino-  
10 plast-reaktive polyfunksjonelle materialet har mer enn 2 funksjonelle grupper for hvert molekyl. Dersom på den annen side det aminoplast-reaktive polyfunksjonelle materialet har bare 2 funksjonelle grupper pr. molekyl, er det nødvendig at hvert aminoplast-tverrbindingsmiddel må ha mer enn to tverr-  
15 bindbare grupper pr. tverrbindermolekyl for å være i stand til å frembringe et tverrbundet nettverk.

De mest foretrukne aminoplasttverrbindingsmidler ifølge oppfinnelsen er valgt fra en gruppe bestående av i alt vesentlig fullstendig foretrete, i alt vesentlig fullstendig  
20 metylolerte, i alt vesentlig monomere glykoluril, melamin, benzoguanamin, cykloheksankarboboguanamin, urea, substituerte, lineære og cykliske ureaforbindelser, og blandinger derav.

I tillegg til de i alt vesentlig fullstendig foretrete, i alt vesentlig monomere aminaldehydaminoplast-tverrbindings-  
25 midler beskrevet ovenfor, er de ikke-foretrete eller delvis foretrete i alt vesentlig fullstendig metylolerte eller delvis metylolerte monomere og oligomere aminoplaster også anvendbare i blandinger ifølge denne oppfinnelse. De ikke-foretrete eller delvis foretrete aminoplaster herder vanlig-  
30 vis raskere enn de fullstendig metylolerte og foretrete aminoplaster i nærvær av en svakere syrekatalysator, og kan fordelaktig anvendes i slike tilfeller.

#### Glykoluriltverrbindere

35 De mest foretrukne glykoluriltverrbindere ifølge denne oppfinnelse er N-substituerte glykoluriler representert ved formelen:

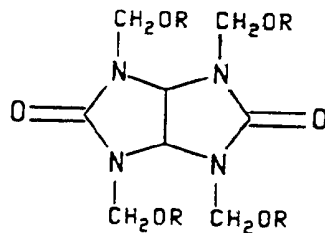


5

hvor i minst to av R-gruppene er valgt fra en gruppe bestående av metoksymetyl, etoksymetyl, propoksymetyl, butoksymetyl, pentoksymetyl, heksoksymetyl, heptoksymetyl, oktoksymetyl, nonoksymetyl, dekoksymetyl og blandinger derav, og de gjenværende R-grupper er valgt fra hydrogen, alkyl, hydroksymetyl, og glykolurilgruppe-holdige oligomere grupper.

Selv om det foretrekkes å ha 4 alkoksymetylgrupper for hvert glykoluriltverrbindingsmiddel, behøver det under vanlige omstendigheter ikke være nødvendig å oppnå den rene tetrasubstituerte monomere tverrbinder enn N,N',N'',N'''-tetraalkoksymetylglykoluril representert ved formelen:

20



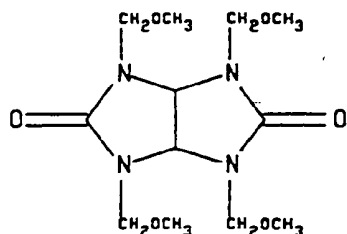
hvor i R er en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer.

Selve de monomere tetraalkoksyglykolurilene betraktes ikke som harpiksmaterialer siden de, som enkeltindivider, er ikke-polymere forbindelser. De betraktes imidlertid som potensielle harpiksdannende forbindelser når de underkastes varme, og spesielt når de underkastes varme under sure betingelser. Som resultat av den beskrevne harpiksdannende evne kan de i alt vesentlig monomere glykoluriltverrbinderne ifølge denne oppfinnelse inneholde noen høyere oligomere komponenter såsom dimerer, trimerer og tetramerer. Tilstedeværelsen av moderate mengder av disse oligomere former er tillatelig og i virkeligheten velgjørende i tilfeller hvor det er ønskelig med en høytsmeltende fast tverrbinder som tilfellet er i pulverbelegg.

35

Et eksempel på glykoluriltverrbinder ifølge denne oppfinnelse er POWDERLINK® 1174 Powder Crosslinking Agent, et

produkt fra American Cyanamid Company, Wayne, N.J., som har følgende egenskaper:



Ikke flyktige, minimum

	(vekt-%)	:	98
10	Utseende	:	Hvite til blekgule granulerte flak
	Smeltepunkt (°C)	:	90-110°C
	Gjennomsnittlig molekylvekt	:	350
	Ekvivalentvekt	:	90-125

15 Et annet eksempel på en glykoluriltverrbinder ifølge denne oppfinnelse er CYMEL<sup>®</sup> 1170 fullstendig butylert glykoluriltverrbinder, et produkt fra American Cyanamid Company, Wayne, New Jersey, som har følgende egenskaper:

Ikke flyktige, minimum

20	(vekt-%)	:	95
	Utseende	:	Klar væske
	Farge, maksimum (Gardner 1963)	:	3
	Viskositet (Gardner-Holt, 25°C)	:	X-Z <sub>2</sub>
	Molekylvekt, gjennomsnittlig	:	550
25	Ekvivalentvekt	:	150-230
	Metylolinnhold	:	Meget lavt

#### Ureatverrbindere

30 Et eksempel på en ureatverrbinder som kan anvendes i denne oppfinnelse, er BEETLE<sup>®</sup> 80 butylert urea-formaldehyd-harpiks, et produkt fra American Cyanamid Company, Wayne New Jersey, som har følgende egenskaper:

	Utseende	:	Klar væske
	Farge, maksimum (Gardner 1963)	:	1
35	Ikke-flyktige (vekt-%)*	:	96 ± 2
	Viskositet (Gardner-Holt, 25°C)	:	X-Z <sub>3</sub>
	Løsningsmiddeltoleranse (ASTM D1198-55)	:	> 500

\*Folietoden (45°C/45 min.).

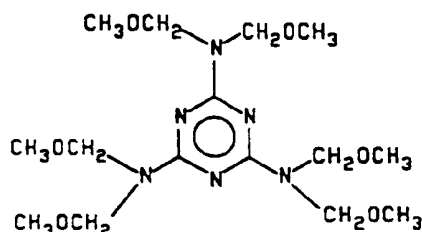
Melamintverrbindere

De melaminbaserte aminoplasttverrbindingsmidler er vel kjent i teknologien, og har vært anvendt i stor utstrekning som effektive tverrbindere i belegg.

Ulikt tetrafunksjonelle glykoluriler kan alkoksymetylmelaminfunksjonaliteten maksimalt være seks i et tverrbindingsmessig effektivt område på 2 til 6 alkoksymetylgrupper for hvert melaminmolekyl.

I likhet med glykolurilene kan alkoksymetylmelaminene inneholde dimerer, trimerer, tetramerer og høyere oligomerer, med hver gitt kombinasjon av monomerer og oligomerer foretrukket for en gitt anvendelse. F.eks. foretrekkes de monomerrike blandinger med lavere viskositet for løsningsmiddelbaserte belegg med høyt faststoffinnhold.

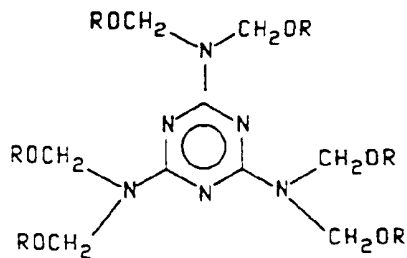
Et eksempel på de i alt vesentlig fullstendig foretrete, i alt vesentlig fullstendig metylolerte, i alt vesentlig monomere melaminer som kan anvendes i denne oppfinnelse, er CYMEL® 303 melamintverrbindingsmiddel, et produkt fra American Cyanamid Company, Wayne, New Jersey, som har følgende egenskaper:



Ikke-flyktige (vekt-%) *	:	98
Farge, maksimum (Gardner 1963)	:	1
Viskositet (Gardner-Holt, ved 25°C):	:	X-Z <sub>2</sub>
Fri formaldehyd, maksimum (vekt-%)	:	0,5
Polymerisasjonsgrad	:	1.75

\* Foliemetoden (45°C/45 min.)

Et annet eksempel på de i alt vesentlig fullstendig foretrete, i alt vesentlig fullstendig metylolerte, i alt vesentlig monomere melaminer er CYMEL® 1168 melamintverrbindingsmiddel, et produkt fra American Cyanamid Company, Wayne, New Jersey. Alkylgruppen i CYMEL® 1168 består i alt vesentlig av en blanding av metyl- og isobutylgrupper. Det har følgende egenskaper:



5

Ikke-flyktige (vekt-%)*	:	98
Farge, maksimum (Gardner 1963)	:	1
Fri formaldehyd, maksimum (vekt-%)	:	0,5
10 Viskositet (Gardner-Holt, ved 25°C):	:	X-Z <sub>2</sub>
Ekivalentvekt	:	150-230

\*Folietoden (45°C/45 min.).

Et eksempel på et i alt vesentlig metylolert, delvis foretret, i alt vesentlig oligomert melamin er CYMEL® 370 tverrbindingmiddel, et produkt fra American Cyanamid Company, Wayne, New Jersey. Det har følgende egenskaper:

15

Ikke-flyktige (vekt-%)	:	88 ± 2
Løsningsmiddel	:	Isobutanol
Viskositet (Gardner-Holt, ved 25°C):	:	Z <sub>2</sub> -Z <sub>4</sub>
20 Farge, maksimum (Gardner 1963)	:	1
Ekivalentvekt	:	225-325

\*Folietoden (45°C/45 min.).

#### Guanamintverrbindere

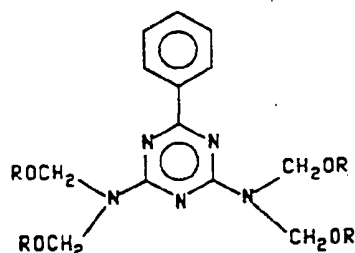
25

Som i melaminer er de delvis eller fullstendig metylolerte eller foretrete alkyl- og arylguanaminoplaster, både i sine monomere og oligomere former, anvendbare som tverrbindingmidler i denne oppfinnelse, med valget avhengig av den spesielle anvendelse eller de egenskaper som ønskes i produktet.

30

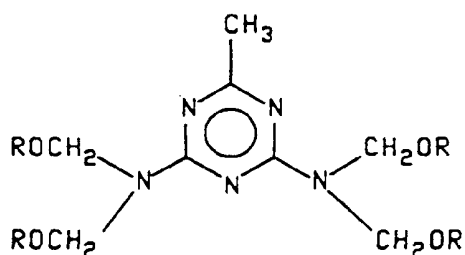
Benzoguanamin, cykloheksylkarboguanamin og acetoguanaminaminoplaster blir spesielt foretrukket som tverrbindere i denne oppfinnelse. Benzoguanamintverrbinderne er representert ved formelen:

35



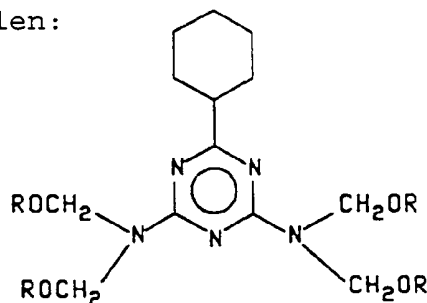
hvor R er en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer, eller en blanding derav. Et eksempel på et benzoguanamin-basert tverrbindingsmiddel er CYMEL® 1123 Resin som beskrevet ovenfor, og hvor R er en blanding av metyl- og etyl-grupper.

De acetoguanamin-baserte tverrbindere er representert ved formelen:



hvor hver R uavhengig er en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer.

De sykloheksylkarboguanamin-baserte tverrbindere er representert ved formelen:



hvor hver av R-gruppene uavhengige en alkylgruppe med 1 til ca. 10 karbonatomer, eller en blanding derav.

Det er åpenbart ut i fra diskusjonene ovenfor at en fagmann på dette området, ved utvelgelse av den mest egnede tverrbinder for en spesiell anvendelse, kan velge en blanding derav som gir en balanse av egenskaper som ønskes for den spesielle anvendelse.

#### FORHOLD OG ANDELER AV BESTANDDELER

Aminoplasttverrbindingsmidlet (ii) kombineres med den flerfunksjonelle aminoplast-reaktive bestanddel (iii) i andeler som gir vektforhold mellom bestanddelene (ii) : (iii) i området fra ca. 1:40 til ca. 3:1.

Vektforholdet av sulfonimidkatalysatoren (i) til aminoplasttverrbindingsmidlet (ii) er fra ca. 1:4 til ca. 1:400.

Den effektive konsentrasjon av sulfonimidherdekatalysatoren er fra ca. 0,01 til ca. 10 vekt-% basert på den samlede

vekt av harpiksfaststoffer. Den er fortrinnsvis fra 0,3 til 0,8 vekt-% av de samlede harpiksfaststoffer.

#### EVENTUELLE BESTANDDELER

5 De eventuelle bestanddeler som er tilstede i den herdbare blanding ifølge denne oppfinnelse, vil variere avhengig av den tilsiktede anvendelse av den herdede gjenstand eller film.

10 Egnede eventuelle bestanddeler omfatter fyllstoffer, ultrafiolette lysstabilisatorer, pigmenter, flytkontrollmidler, plastifiseringsmidler, formslippemidler, og korrosjonsinhibitorer.

15 Blandingen ifølge denne oppfinnelse kan inneholde som en eventuell bestanddel et flytende medium. Et slikt medium kan anvendes for å hjelpe til med jevn påføring og transport av den herdbare blanding. Hvilken som helst eller alle bestanddelene av blandingen kan kontaktes med det flytende medium. Dessuten kan det flytende medium tillate dannelsen av en oppslemming, emulsjon, invert emulsjon, eller en løsning av 20 bestanddelene i den herdbare blanding. Spesielt foretrekkes et flytende medium som er løsningsmiddel for den herdbare blandingens bestanddeler (i), (ii) og (iii). Egnede løsningsmidler velges fra alkoholer, ketoner, etere, estere, vann, alifatiske hydrokarboner, aromatiske hydrokarboner, 25 halogenerte hydrokarboner og blandinger derav.

#### PULVERBELEGGBLANDING

Den nye herdbare pulverbeleggblendingen ifølge denne oppfinnelse omfatter:

- 30 (i) en herdekatalysator,  
(ii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingmidler,  
(iii) en tverrbindingmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingmiddel inneholdende minst 35 2 tverrbindbare grupper,  
hvor herdekatalysatoren er et sulfonimid.  
Pulverbeleggblendingen kan også omfatte  
(iv) eventuelle bestanddeler.

Det er nødvendig at minst én av pulverbeleggbestanddelene (i), (ii), (iii) eller (iv) er et fast stoff, under den forutsetning at faststoffbestanddelen(e) i pulverbeleggblandingen er i stand til å beholde den (de) ikke-faste bestanddelen(e) til å gi en blanding som i sin helhet er et faststoff.

En svært foretrukket utførelse ifølge denne oppfinnelse er en blanding hvori pulverbeleggbestanddelene (i), (ii), (iii) og (iv) alle er faste stoffer som har form av et flytbart pulver.

I senere år har pulverbeleggteknologien vært emne for betydelig interesse og kommersiell vekst. Fordi pulverbelegg alle er faststoffsystemer, lider de ikke av de løsningsmiddelrelaterte ulemper ved de løsningsmiddelbaserte belegg-systemer. Pulverbelegg minimaliserer kostnadene ved transport, lagring, håndtering og disponering av løsningsmiddelavfall.

I pulverbelegg er de anvendte bestanddeler i alt vesentlig lik de konvensjonelle flytende belegg, bortsett fra at pulverbeleggblandingen må være et fast stoff.

Foretrukne pulverbeleggblandinger:

Foretrukne pulverbeleggblandinger er de hvori bestanddelene (i), (ii), (iii) og (iv) alle er faste stoffer. Mer spesielt er de enkelte bestanddelene i blandingen som beskrevet nedenfor:

(i) De nye sulfonimidherdekatalysatorer som kan anvendes i pulverbelegg, er sulfonimidene ifølge denne oppfinnelse som har smeltepunkter i området fra ca. 40°C til ca. 250°C, og mer fortrinnsvis i området fra ca. 80°C til ca. 180°C.

(ii) De flerfunksjonelle materialer som kan anvendes i pulverbelegg, er de flerfunksjonelle materialer ifølge denne oppfinnelse som har en glasstemperatur (T<sub>g</sub>) i området fra ca. 40°C til ca. 150°C, og myknepunkt i området fra ca. 40°C til ca. 150°C og mer fortrinnsvis i området fra ca. 80°C til ca. 140°C.

Det foretrekkes at pulverbeleggblandingen som helhet er et fast stoff ved omgivende temperatur, og at den holder seg

fast opp til ca. 40°C for å bevare pulvertilstanden av den herdbare blanding og for å forhindre klumpdannelse.

Ved oppvarming bør disse harpikser imidlertid bli flytende for å tillate dannelse av smelter med lav viskositet som tillater effektiv blanding av komponentene i den herdbare blanding før tverrbinding. Det er ønskelig at de aminoplastreaktive harpikser blir flytende ved temperaturer i området fra ca. 80°C til ca. 150°C, og mest fortrinnsvis fra ca. 100°C til ca. 140°C.

(iii) Aminoplasttverrbindingmidlene som kan anvendes i pulverbelegg, er de faste aminoplast-tverrbindingmidler ifølge denne oppfinnelse som har smelte- eller myknepunkter i området fra ca. 40°C til ca. 150°C, og mer fortrinnsvis fra ca. 80°C til ca. 140°C, og mest fortrinnsvis fra ca. 100°C til ca. 120°C.

Aminoplast-tverrbindingmidler av glykoluriltypen blir spesielt foretrukket fordi de er faste stoffer ved omgivende temperaturer og vanligvis har egnede smeltepunkter.

Det foretrekkes at de faste aminoplast-tverrbindingmidler er faste stoffer ved omgivende temperaturer og at de holder seg faste opp til ca. 40°C for å bevare pulvertilstanden av den herdbare blanding og for å forhindre klumpdannelse. Det er ønskelig at aminoplast-tverrbindingmidlene blir flytende ved temperaturer i området fra ca. 80°C til ca. 150°C, og mer fortrinnsvis fra 100°C til ca. 140°C.

(iv) De herdbare pulverbeleggblandinger kan innbefatte varierende mengder av eventuelle bestanddeler såsom benzoin ved et nivå på ca. 1 til 4 vekt-%. Blandingen kan også omfatte som flytkontrollmiddel bestanddeler såsom Modaflow® Powder III Resin Modifier, et produkt fra Monsanto Company, eller Resiflow P-67 Flow Control Agent, et produkt fra Estron Chemical, Inc. ved et nivå på ca. 1 til 2 vekt-%. Dessuten kan fyllstoffer og pigmenter såsom titandioksydbaserte pigmenter passende tilsettes for å forbedre utseende og egenskaper av de belegg og gjenstander som dannes ut i fra blandingene.

## FLERFUNKSJONELLE MATERIALER

Det flerfunksjonelle materialet som er i stand til å reagere med et aminoplast-tverrbindingsmiddel, er én av tre essensielle komponenter som er nødvendige for de herdbare blandingene ifølge denne oppfinnelse. De andre essensielle komponenter er aminoplast-tverrbindingsmidler såsom N,N',N'',N'''-tetrametoksymetylglykoluril, og sulfonimidherdekatalysator såsom N-(metansulfonyl)-p-toluensulfonimid. De aminoplast-reaktive funksjonelle grupper i det flerfunksjonelle materialet reagerer, under herdebetingelser, med tverrbindbare grupper for å frembringe et tredimensjonalt tverrbundet nettverk slik som dem som finnes i belegg, formstøpte gjenstander og klebemidler.

De aminoplastreaktive funksjonelle grupper velges fra en gruppe omfattende: aminogruupper, amidogruupper, karboksylgrupper, merkaptogruupper, hydroksygrupper, og kombinasjoner av hvilke som helst av de foran nevnte funksjonelle grupper. Reaktive materialer som har flere karboksy- og/eller hydroksygrupper blir spesielt foretrukket ved praktisering av oppfinnelsen.

Egnede flerfunksjonelle hydroksyreaktantmaterialer kan være epoksy- eller polyuretanprepolymerer, alkyder, akrylharpikser som inneholder tilknyttede eller terminale karboksy- eller hydroksyfunksjonaliteter, eller polyesterharpikser med tilknyttede eller terminale hydroksy- eller karboksygrupper. Disse er beskrevet i større detalj nedenfor.

I tilfeller hvor harpikser anvendt i formuleringene ifølge denne oppfinnelsen er tenkt anvendt for påføring av pulverbelegg, bør harpiksene være faste stoffer ved omgivende temperaturer og bør holde seg faste opp til ca. 40°C for å bevare pulvertilstanden for den herdbare blanding og forhindre klumping. De aminoplast-reaktive stoffer eller harpikser som anvendes i blandingene ifølge denne oppfinnelse har fortrinnsvis en molekylvekt på fra 100 til 50.000. I tilfellet det aminoplastreaktive materialet er i form av en emulsjon, kan molekylvekten være så høy som ca. 5.000.000.

## 1. AKRYLHARPIKS AMINOPLAST-REAKTIVT MATERIALE

De hydroksyfunksjonelle akrylharpikser som anvendes ved formulering av de herdbare blandinger ifølge denne oppfinnelse, har fortrinnsvis molekylvekter i området på fra ca. 500 til ca. 50.000 og hydroksylgruppeekvivalentvekter på fra ca. 200 til 4.000. Et eksempel på en egnet akrylharpiks er JONCRYL® SCX-800 A akrylharpiks, et produkt fra S.C. Johnson and Sons, Inc., som har følgende fysiske og kjemiske egenskaper.

10	Ikke-flyktige (vekt-%)	:	98
	Hydroksyltall	:	43
	Ekvivalentvekt	:	1300
	Myknepunkt (°C)	:	100
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	43
15	Syretall (mg KOH/g)	:	15
	ICI viskositet (200°C, Poise)	:	25

Et annet eksempel på en egnet akrylharpiks er JONCRYL® SCX-800 B akrylharpiks, et produkt fra S.C. Johnson and Sons, Inc., som har følgende fysiske og kjemiske egenskaper:

20	Ikke-flyktige (vekt-%)	:	>97
	Hydroksyltall	:	40
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	43
	Syretall	:	15-20
	Myknepunkt (°C)	:	107
25	Ekvivalentvekt	:	1402
	ICI viskositet (200°C, Poise)	:	45-50

eller JONCRYL® 500 akrylharpiks, et produkt fra S.C. Johnson and Sons, Inc., som har følgende egenskaper:

	Viskositet (centipoise)	:	4000
30	Faststoffinnhold (%)	:	80
	Hydroksyltall (basert på faststoff)	:	140
	Ekvivalentvekt (basert på faststoff)	:	400
35	Molekylvekt (Mn)*	:	1300
	Polydispersitet (Mw/Mn)**	:	1,7

\* Mn = tall-midlere molekylvekt.

\*\* Mw = vekt-midlere molekylvekt.

Kommersielt tilgjengelige akrylharpikser er vanligvis anvendbare for bruk ved fremstilling av blandingene ifølge denne oppfinnelse. Valget av den optimale akrylharpiks vil avhenge av brukerens ønske om å gi det endelige herdede produkt spesielle fysiske egenskaper såsom hardhet, bøyelighet, 5 kjemisk og løsningsmiddelbestandighet, o.s.v..

## 2. POLYESTERHARPIKSER

De hydroksyfunksjonelle polyesterharpikser som anvendes ved formulering av de herdbare blandingene ifølge denne opp- 10 finnelse, har fortrinnsvis molekylvekter i området på fra ca. 1.000 til 50.000 og hydroksylgruppeekvivalentvekter på fra ca. 200 til 4.000.

Et eksempel på en egnet polyesterharpiks er Arakote® 15 3109 fast hydroksylterminert polyesterpulverbeleggharpiks, et produkt fra Ciba-Geigy Corporation, Hawthorne, N.Y., som har følgende fysiske og kjemiske egenskaper:

	Farge	:	Fargeløst faststoff
	OH tall	:	27-30
20	ICI viskositet ved 200°C		
	(Poise)	:	40
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	66
	Ekvivalentvekt	:	1900

Et annet eksempel på en egnet polyesterharpiks er 25 ALFTALAT® AN 745 hydroksyfunksjonell polyesterharpiks, et produkt fra Hoechst Corporation, som har følgende fysiske og kjemiske egenskaper:

	Farge, 50% (ASTM D 1544-68)	:	3
	OH tall	:	30
30	Ekvivalentvekt	:	1870
	Syretall (mg KOH/g)	:	8
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	55
	ICI viskositet (200°C, Poise)	:	50-65

Et annet eksempel på en egnet polyesterharpiks er 35 ARAKOTE® 3010 karboksyl-terminert polyester, et produkt fra Ciba-Geigy Corporation, Ardsley, New York, med følgende egenskaper:

	Farge, maksimum		
	(Gardner, ASTM D 2849)	:	2

	OH tall	:	≤7
	Syretall (mg KOH/g)	:	27-33
	ICI viskositet (200°C, Poise)	:	35-60
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	62
5	Ekvivalentvekt	:	1800

Et annet eksempel på en egnet polyesterharpiks er RUCOTE® 101 polyesterharpiks, et produkt fra Ruco Polymer Corporation, Hicksville, N.Y., med følgende fysiske og kjemiske egenskaper:

10	Utseende	:	pulverformig faststoff
	Myknetemperatur (°C)	:	120
	OH tall	:	29
	Syretall (mg KOH/g)	:	1
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	53
15	Ekvivalentvekt	:	2000
	ICI-viskositet (200°C, Poise)	:	53

Et annet eksempel på en egnet polyesterharpiks er CARGILL 3000 polyester, et produkt fra Cargill Corporation, med følgende fysiske og kjemiske egenskaper:

20	OH tall	:	50
	Ekvivalentvekt	:	1035
	Glasstemperatur (Tg) (°C)	:	56
	Syretall (mg KOH/g)	:	15

Ved herding vil polyesterharpiksene gi filmer med overlegne egenskaper, som beskrevet i detalj i eksemplene. Mange forskjellige kommersielle polyesterharpikser kan anvendes som den aminoplast-reaktive bestanddel ifølge denne oppfinnelse, forutsatt at slike harpikser har de fysiske egenskaper som egner seg for den tilsiktede anvendelse.

30

### 3. ANDRE AMINOPLAST-REAKTIVE SYSTEMER

Andre polyhydroksyfunksjonelle forbindelser som kan anvendes ved praktisering av oppfinnelsen, er dioler, trioler, tetraoler og høyere polyhydroksyalkoholer. Illustrerende flerverdige alkoholer er pentaerythritol, dipentaerythritol, tripentaerythritol, trimetyloletan, trimetylolpropan, anhydroenneahepitol, 1,2,4-butantriol og 1,2,6-heksantriol. Disse polyoler kan også anvendes til fullstendig eller delvis å erstatte den akrylharpiks eller polyesterharpiksaminoplast-

reaktive bestanddel av blandingen ifølge oppfinnelsen. De filmegenskaper som skrives seg fra tilsetning av slike ikke-harpiksbestanddel er imidlertid noen ganger underlegne og mangler fleksibilitet i sluttproduktet av herdet film.

5 Flerfunksjonelle epoksyrepolymere, alkyder og polyuretanprepolymere kan også anvendes som hydroksyfunksjonelle aminoplast-reaktive materialer.

Flerfunksjonelle amider er også egnet som aminoplast-reaktive komponenter, forutsatt at de har de korrekte fysiske egenskaper som egner seg for den tilsktede anvendelse. For 10 pulverbeleggblandinger er de f.eks. faste stoffer ved opp til ca. 40°C for å tillate fremstilling av lagringsstabile pulvere som inneholder aminoplast-tverrbindingmidlene. De tverrbundede filmene og gjenstandene som skrives seg fra 15 polyamid-holdige herdbare blandinger, har imidlertid fysiske egenskaper som er noe forskjellige (dvs. hardere) enn polyester- og akrylbaserte systemer beskrevet ovenfor.

#### KATALYSATOR/TVERRBINDERKOMBINASJONEN

20 Katalysator/tverrbinderkombinasjonen ifølge oppfinnelsen er en jevn blanding av følgende stoffer:

- (a) en sulfonimidherdekatalysator, og
- (b) et aminoplast-tverrbindingmiddel som inneholder minst to tverrbindinggrupper.

25 Egnede sulfonimidherdekatalysatorer (a) og aminoplast-tverrbindingmidler (b) er som fremsatt i foregående avsnitt. Komponentene (a) og (b) kan begge være enten væsker eller faste stoffer. En spesielt foretrukket katalysator/tverrbinderkombinasjon er én hvori både sulfonimidkatalysatoren 30 (a) og aminoplasttverrbinderen (b) begge er faste stoffer ved 40°C.

#### DEN FORBEDREDE FREMGANGSMÅTE FOR BELEGGING IFØLGE DENNE

##### OPPFINNELSE:

35 Denne oppfinnelse er også en forbedret fremgangsmåte for belegging av substrater ved påføring på substratene av beleggblendingen ifølge oppfinnelsen.

En fremgangsmåte for belegging ved anvendelse av flytende beleggblandinger:

Denne oppfinnelse er en fremgangsmåte for belegging av substrater ved anvendelse av en flytende herdbar belegg-  
5 blanding, hvor blandingen inneholder følgende bestanddeler:

- (i) en sulfonimidherdekatalysator,
- (ii) en tverrbindingsmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingsmiddel som inneholder minst 2 tverrbindbare grupper,
- 10 (iii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingsmidler, og
- (iv) et flytende medium.

Den flytende herdbare beleggblending ifølge denne oppfinnelse kan danne kontakt med et substrat ved påsprøyting, stopping, børsting, rulle-belegging, teppebelegging, flyt-  
15 belegging, elektrostatisk påsprøyting, elektrobelegging eller dypping.

Fremgangsmåte for belegging ved anvendelse av pulverbelegg-  
20 blandinger:

"Pulverbelegging" er en teknologisk anerkjent fremgangs-  
måte og defineres heri som en fremgangsmåte for elektro-  
statisk pulverpåsprøyting hvori et fint oppdelt belegg-  
materiale av faststoff blir elektrostatisk tiltrukket til en  
25 overflate av en gjenstand. Alternativt kan pulverbelegg-  
blandingen danne kontakt med substratet ved neddykking av dette i et fluidisert pulversjikt. Gjenstanden som er dekket med pulveret, blir oppvarmet minst til smeltetemperaturen for beleggblendingen, hvilket tvinger den til å flyte ut og danne  
30 et belegg som herdes ved videre anvendelse av varme.

Pulverbelegg fremgangsmåten ifølge tidligere teknologi kan forbedres betydelig ved anvendelse som belegg materialet av en lavtemperatur varme-herdbar aminoplastbeleggblending omfattende som essensielle bestanddeler:

- 35 (i) en fast sulfonimidherdekatalysator ifølge denne oppfinnelse,
- (ii) et fast flerfunksjonelt aminoplast-reaktivt materiale, og
- (iii) et fast aminoplast-tverrbindingsmiddel.

De uventede overlegne egenskapene av filmene dannet ut i fra pulverbeleggblendingene ifølge oppfinnelsen, er deres overlegne utseende som kommer til uttrykk i glans og jevnhet, forbedret slag- og korrosjonsbestandighet.

5 En typisk fremgangsmåte for anvendelse av blandingene ifølge oppfinnelsen er som følger:

Substratene belegges med pulverbeleggblendingen ifølge oppfinnelsen og underkastes en temperatur på fra ca. 90°C til ca. 350°C for å smelte og spre blandingen jevnt ut over substratoverflaten. Deretter holdes substratet ved en tempera-  
10 tur på fra ca. 120°C til ca. 350°C for å tverrbinde blandingen og danne det permanent herdede belegg.

TVERRBUNDEDE GJENSTANDER OG BELEGG DANNET AV  
15 BLANDINGENE IFØLGE DENNE OPPFINNELSE

De herdbare blandingene ifølge denne oppfinnelse inneholdende sulfonimidherde-katalysatoren ifølge oppfinnelsen kan varmeherdes (typisk 90°C til 400°C) for å frembringe tverrbundede støpte gjenstander, klebemidler og belegg.

20 P.g.a. reaktantenes flerfunktjonelle karakter er det resulterende produkt i dette tilfellet en tverrbundet gjenstand i form av en film såsom klebemidler og/eller belegg eller i form av en gjenstand såsom formstøpte produkter.

De varme-herdede blandingene ifølge denne oppfinnelse  
25 kan anvendes som belegg for tråd, apparater bildeler, møbler, rør, maskindeler o.l.. Egnede overflater omfatter metaller såsom plast, tre, stål og aluminium.

De varme-herdede blandingene kan også anvendes til å danne faste gjenstander såsom bokser, rammer og konstruksjonsdeler.  
30

Følgende eksempler illustrerer forskjellige utførelser av oppfinnelsen.

EKSEMPEL 1

35 FREMSTILLING AV SULFONIMIDHERDEKATALYSATORENE\*

DEL A

p-toluensulfonylchlorid (38,2 g, 0,20 mol) ble til-  
satt, i fem porsjoner over en periode på 90 min., til en opp-  
varmet (70°C) løsning av metansulfonamid (19,0 g, 0,20 mol) i

vandig 5% natriumhydroksyd (176 ml). Under tilsetningen ble det opprettholdt en pH på 12 ved hyppige tilsetninger av vandig 5% natriumhydroksydløsning. Etter omrøring i ca. 20 timer ved ca. 70°C ble reaksjonsblandingen avkjølt til rom-  
5 temperatur og surgjort med konsentrert saltsyre til pH mindre enn 1 og ekstrahert med diklormetan (3 x 200 ml). Det organiske sjikt ble fraskilt, tørket (natriumsulfat) og konsentrert til 150 ml. Tilsetning av n-heptan (200 ml) ga svært rent N-(metansulfonyl)-p-toluensulfonimid, en sulfonimidherdekatalysator ifølge oppfinnelsen, som et hvitt bunnfall (18,3 g), smp. 117-120°C.  
10

Eksempel 1, del A illustrerer fremstillingen av en blandet aryl- og alkylgruppeholdig herdekatalysator ifølge denne oppfinnelse.  
15

\* Fremstilt ved den generelle fremgangsmåte beskrevet i følgende referanseartikkel: N.N. Dykhanov, Zhur. Obshchei Khim., 29, 3602 (1959); Chemical Abstracts (54) 19577g (1960).  
20

#### DEL B

Fremgangsmåten i EKSEMPEL 1, DEL A ble fulgt med det unntak at metansulfonamid ble erstattet med en ekvivalent mengde p-toluensulfonamid (34,2 g, 0,20 mol) og ekstraksjonstrinnet ble erstattet av et rensetrinn for å gi det symmetriske di-(p-toluen)sulfonimid, en sulfonimidherdekatalysator ifølge oppfinnelsen, som et hvitt fast stoff med 96% renhet, smp. 171-173°C.  
25

EKSEMPEL 1, DEL B illustrerer fremstillingen av det symmetriske di-(p-toluen)sulfonimid, som er et annet eksempel på sulfonimidherdekatalysatorene ifølge denne oppfinnelse.  
30

#### DEL C

Et kommersielt tilgjengelig sulfonimid, N-(4-amino-benzensulfonyl)benzensulfonimid, et produkt fra Aldrich Chemicals, Milwaukee, WI, ble anvendt som herdekatalysator ved fremstilling av blanding C.  
35

DEL D

Frengangsmåten i EKSEMPEL 1, DEL A, ble fulgt med det unntak at metansulfonamid og p-toluensulfonylchlorid ble erstattet, hhv. med ekvivalente mengder av p-nitrobenzen-sulfonamid og en løsning av p-nitrobenzensulfonylchlorid i acetone (50 ml). Ekstraksjonstrinnet ble også erstattet med et rensetrinn for å gi det symmetriske di-(4-nitrobenzen)-sulfonimid, en sulfonimidherdekatalysator ifølge oppfinnelsen, som et nesten hvitt fast stoff med 98% renhet, smp. 238-240°C.

EKSEMPEL 1, DEL D illustrerer fremstillingen av et annet eksempel på sulfonimidherdekatalysator ifølge denne oppfinnelse.

EKSEMPEL 2

Dette eksempel illustrerer fremstillingen av pulverbelegg ved anvendelse av sulfonimidherdekatalysatorer ifølge oppfinnelsen.

De følgende fire herdbare blandinger, blandningene A, B, C og D ble formulert ved anvendelse av sulfonimidherdekatalysatorer ifølge denne oppfinnelse og deretter herdet ved 190°C (20 min.).

1. FREMSTILLING AV DE HERDBARE BLANDINGENEA. BLANDING A

	<u>Vekt (g)</u>
Arakote® 3109 Polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 Tverrbindingmiddel (fast)	6,00
Sulfonimidherde-katalysator ifølge eksempel 1, del A	0,50
Benzoin (en fast tilsetning)	1,40
R960-48® Titandioksydpigment (produkt fra DuPont Company, Wilmington, Delaware)	40,00
Resiflow P-67 flyt-kontrollmiddel (produkt fra Estron Chemical, Inc. Culvert City, Ky)	1,30

B. BLANDING B

	Arakote® 3109 Polyester (fast)	94,00
	Powderlink® 1174 Tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
	Sulfonimidherdekatalysator ifølge eksempel 1, del B	0,50
5	Benzoin (en fast tilsetning)	1,40
	R960-48 titandioksydpigment	40,00
	Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

C. BLANDING C

10	Arakote® 3109 Polyester (fast)	94,00
	Powderlink® 1174 Tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
	Sulfonimidherdekatalysator ifølge eksempel 1, del C	0,50
	Benzoin (en fast tilsetning)	1,40
	R960-48 Titandioksydpigment	40,00
15	Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

D. BLANDING D

	Arakote® 3109 Polyester (fast)	94,00
	Powderlink® 1174 Tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
20	Sulfonimidherdekatalysator ifølge eksempel 1, del D	0,50
	Benzoin (en fast tilsetning)	1,40
	Titandioksydpigment	40,00
	Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

25 En kontrollblanding ble fremstilt som beskrevet ovenfor i blanding A med det unntak at ingen herdekatalysator ble anvendt.

Alle komponenter ble tørrblandet i en Waring-blender eller en Welex-mixer for kjøring i hhv. liten og større  
 30 skala. Det tørrblandede pulver ble deretter smelteblandet ved ca. 90°C til 135°C i 1 til 5 min. i en tovalset mølle for å tillate homogen blanding uten å tillate at det foregår tverrbinding. Det smelteblandede materialet ble deretter oppkappet i mindre biter i en blandemølle eller en  
 35 pelleterer, og matet til en mølleklassifiserer hvor kornene ble malt til et fint pulver med en partikkelstørrelse på ca. 35 µm. Det finmalte pulver, oppladet med opp til 80 kV spenning, ble deretter påsprøytet gjennom en elektrostatiske

sprøytepipistol på jordede metallsubstrater, Bonderite® 1000 (et produkt fra Parker Industries, Inc.) i et sprøytekammer.

## 2. HERDING AV DE HERDBARE BLANDINGENE

5 De elektrostatisk belagte Bonderite 1000 substrater inneholdende de herdbare blandinger ifølge denne oppfinnelse ble deretter bakt i en ovn ved 190°C for å tillate pulveret og smelte sammen, flyte ut og tverrbinde. Disse fremgangsmåter ble analysert ved hjelp av et viskosimeter og et rheo-  
10 meter.

TABELL 1 oppsummerer herdebetingelsene, filmegenskapene som skrives seg fra herding av de herdbare blandinger og spesielt filmens utseende.

15 Det konkluderes ut i fra resultatene i EKSEMPEL 2 at pulverbelegg fremstilt ved anvendelse av de herdbare blandinger ifølge denne oppfinnelse som inneholder herdekatalysatorene ifølge denne oppfinnelse, har utmerkede filmegenskaper og utseende. Kontrollformuleringen uten katalysator ville ikke herde, hvilket viste at det var nød-  
20 vendig å ta med katalysator i formuleringen.

TABELL 1  
PULVERBELEGG AV HERDBARE BLANDINGER  
IFØLGE OPPFINNELSEN  
HERDEBETINGELSER, FILMEGENSKAPER OG UTSEENDE

5	<u>HERDBARE BLANDINGER*</u>			
	<u>Blanding</u>	<u>Blanding</u>	<u>Blanding</u>	<u>Blanding</u>
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
	<u>HERDEBETINGELSER</u>			
	Katalysator fra eksempel 1			
	Del A	Del B	Del C	Del D
10	<u>FILMEGENSKAPER</u>			
	Katalysatorvekt (g)			
	0,50	0,50	0,50	0,50
	Baketemperatur (°C)			
	190	190	190	190
15	Baketid (min.)			
	20	20	20	20
	<u>FILMUTSEENDE</u>			
20	Appelsin- skall	Appelsin- skall	Appelsin- skall	Appelsin- skall
	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer
25		Kratere		Knappe- nålshull
				Gelblærer
30	<u>FILMEGENSKAPER</u>			
	Filmtykkelse (mils) (ASTM D-1400-81)			
	1,9-2,3	1,9-2,5	1,4-2,4	1,0-2,0
35	Filmtykkelse (mm) (ASTM D-1400-81)			
	0,048- 0,058	0,048- 0,064	0,036- 0,061	0,025- 0,050
40	Hardhet, KHN <sub>25</sub> ASTM (D-1474-85)			
	13,0	11,7	10,2	12,2
45	MEK gnidninger (dobbel- gnidninger)			
	200+	200+	200+	200+

## TABELL 1 (forts.)

PULVERBELEGG AV HERDBARE BLANDINGERIFØLGE OPPFINNELSENHERDEBETINGELSER, FILMEGENSKAPER OG UTSEENDE

5	<u>HERDBARE BLANDINGER*</u>				
	<u>Blanding</u> A	<u>Blanding</u> B	<u>Blanding</u> C	<u>Blanding</u> D	
	<u>FILMEGENSKAPER</u> (forts.)				
10	SLAG, F/R i lb) (Foran/bak)	160/160	160/160	160/160	160/160
	<u>ASTM D-2794-82</u>				
15	Farge, Trisimulus	-0,06	-0,03	0,00	0,02
	Glans, 60°	94,1	94,0	94,1	78,4
	Glans, 20°C	79,4	73,4	79,3	32,5
20	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>				
	Fuktighet (60°C) Tid (timer)	504	528	504	456
25	ASTM D 4585-87				
	Utseende etter testing	Ingen forandring	Ingen forandring	Ingen forandring	Tett med mikrok- blærer
30	Saltsprøyt, tid (timer) ASTM B-117	1008	1008	1008	1032
35	Kryping (mm)	3	0	0	0
	Utseende** etter testing ASTM D-610	9	9	9	9
40	* Kontrollblandingen som ikke inneholdt katalysator, herdet ikke godt under betingelsene i EKSEMPEL 2. Filmen ble fjernet fullstendig på mindre enn 2 MEK dobbeltgnidninger.				
45	** Skalaen er 1 til 10 hvor 10 er det beste.				

EKSEMPEL 3

Eksperimentene i EKSEMPEL 2 ble gjentatt med blandningene A, B, C og D ved den noe lavere temperatur på 175°C.

5 Blanding C herdet ikke godt. Herdebetingelsene, filmegenskapene og filmutseende for de gjenværende blandningene er sammensatt i TABELL 2.

10 Det konkluderes ut i fra resultatene i TABELL 2 at de herdbare blandningene ifølge denne oppfinnelse inneholdende sulfonimidherdekatalysatorene er i stand til å herde ved lave temperaturer (175°C) for å frembringe pulverbelegg med utmerkede filmegenskaper og akseptabelt utseende.

TABELL 2

Pulverbelegg av herdbare blandinger ifølge oppfinnelsen

## HERDBARE BLANDINGER

5	Blanding A	Blanding B	Blanding D
<u>FILMUTSEENDE</u>			
10	Appelsin- skall	Appelsin- skall	Appelsin- skall
	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer
15		Kratere	
<u>FILMEGENSKAPER</u>			
	Filmtykkelse (mils)	1,8-2,8	2,5-3,5
20	Filmtykkelse (mm)	0,046-0,071	0,064-0,089
	Hardhet KHN <sub>25</sub>	11,8	12,7
25	MEK gnidninger	20/200+	10/200+
	Slag F/R (i-lb)	160/160	100-120/0-20
	Farge, tristimulus	-0,06	-0,03
30	Glans, 60°	67,4	68,3
	Glans, 20°	47,3	38,3
35	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
	Fuktighet (60°C), Tid (timer)	456	288
40	Utseende etter testing mikroblemmer	Økede mikroblemmer, noe tap av glans	Økede mikroblemmer
45	Saltsprøyt, tid (timer)	1008	1008
	Kryping (mm)	2	0
50	Utseende (etter testing)	9	9

EKSEMPEL 4SAMMENLIGNENDE

De herdbare blandingene E, F og G ble fremstilt og herdet ved 190°C/20 min. ved fremgangsmåten beskrevet i EKSEMPEL 2.

BLANDING E

	Vekt (g)
Arakote® 3109 polyester (faststoff)	94,00
10 Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (faststoff)	6,00
Sulfonimidherdekatalysator ifølge EKSEMPEL 1, DEL A	0,30
Benzoin (et fast additiv)	1,40
R960-48 titandioksydpigment	40,00
15 Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,30

BLANDING F

	Vekt (g)
Arakote® 3109 polyester (faststoff)	94,00
20 Powderlink® 1174 Tverrbindingsmiddel (faststoff)	6,00
p-toluensulfonsyremonohydrat (faststoff)	0,30
Benzoin (et fast additiv)	1,40
OR 650 titandioksydpigment	40,00
Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

25

BLANDING G

	Vekt (g)
Arakote® 3109 polyester (faststoff)	94,00
Powderlink® 1174 Tverrbindingsmiddel (faststoff)	6,00
30 p-toluensulfonsyremonohydrat (faststoff)	0,20
Benzoin (et fast additiv)	1,40
R960 48 titandioksydpigment	40,00
Modaflow III flytkontrollmiddel	1,25

35

TABELL 3 oppsummerer filmegenskapene og utseendekarakteristikkene for de herdete belegg oppnådd ved herding av blandningene E, F og G.

Det konkluderes ut i fra resultatene i EKSEMPEL 4 at den herdbare blandingen E ifølge denne oppfinnelse inneholdende

sulfonimidherdekatalysatoren ifølge EKSEMPEL 1, DEL A frembringer utmerkede pulverbelegg sammenlignet med herdbare blandinger ifølge tidligere teknologi såsom blandingene F og G inneholdende p-toluensulfonsyre-katalysator vanligvis anvendt i tidligere teknologi. Systemet som ble herdet ifølge tidligere teknologi med p-toluensulfonsyre ga uakseptabelt utseende, lavere glans, og sviktet i saltsprøyt-testen.

TABELL 3  
 Sammenligning av sulfonimidherdekatalysator med p-toluensulfonsyre i pulverbelegg

HERDBARE BLANDINGER

	Blanding E <sup>1</sup>	Blanding F <sup>2</sup>	Blanding G <sup>3</sup>	Blanding F <sup>4</sup>	Blanding G <sup>4</sup>
<u>FILMUTSEENDE</u>					
Appelsinskall mikroblemmer	Appelsinskall mikroblemmer knappenålshull gelblærer	Appelsinskall mikroblemmer mattert	Appelsinskall mikroblemmer gelblærer	Appelsinskall mikroblemmer kratere gelblærer	Appelsinskall mikroblemmer knappenålshull kratere gelblærer
2,4-2,9	1,7-3,0	1,9-2,2	1,9-3,3	2,4-3,3	
<u>FILMEGENSKAPER</u>					
Filmtykkelse (mils)	2,4-2,9	1,7-3,0	1,9-2,2	1,9-3,3	2,4-3,3
Filmtykkelse (mm)	0,061-0,074	0,043-0,076	0,048-0,056	0,048-0,084	0,061-0,084
Hardhet KHN <sub>25</sub>	12,1	12,0	10,8	10,6	10,1
MEK gnidninger 20/200+	200+	200+	200+	200+	200+
Slag F/R (i-lb)	160/160	160/160	45-50/45-50	60-80/80-100	140-160/40-60
Farge, tristimulus	-0,06	0,01	-0,05	-0,03	-0,02
Glans, 60°	92,7	83,7	70,3	88,3	86,5
Glans, 20°	78,6	42,9	25,0	48,1	48,5

TABELL 3 (forts.)  
 Sammenligning av sulfonimidherdekatalysator med p-toluensulfonsyre i pulverbelegg

HERDBARE BLANDINGER

	Blanding E <sup>1</sup>	Blanding F <sup>2</sup>	Blanding G <sup>3</sup>	Blanding F <sup>4</sup>	Blanding G <sup>4</sup>
<b>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</b>					
Fuktighet (60°C), tid (timer)	456	504	120		
Utseende (etter testing)	Økte mikroblemmer svakt tap av glans	Ingen for- andring	Økte mikroblemmer		
Saltsprøyt, tid (timer)	1008	768	192		
Kryping (mm)	1	3	0		
Utseende (etter testing)	9				

<sup>1</sup> 0,3% N-(metansulfonyl)-1-toluensulfonamidherdekatalysator, basert på vekt av harpiksfaststoff.

<sup>2</sup> 0,3% p-toluensulfonsyremonohydratherdekatalysator, basert på vekt av harpiksfaststoff.

<sup>3</sup> 0,2% p-toluensulfonsyremonohydratherdekatalysator, basert på vekt av harpiksfaststoff.

<sup>4</sup> Gjentatte eksperimenter.

EKSEMPEL 5

Den herdbare blandingen H ble fremstilt ved fremgangsmåten beskrevet i EKSEMPEL 2. Den ble herdet ved 175 og 190°C ved fremgangsmåten beskrevet i EKSEMPEL 2.

5

BLANDING H

	Vekt (g)
Alftalat® AN 745 polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
10 Sulfonimidherdekatalysator i EKSEMPEL 1, DEL A	0,50
Benzoin (et fast additiv)	2,40
R960-48 titandioksydpigment	40,00
Resiflow III flytkontrollmiddel	1,30

15 TABELL 4 oppsummerer filmegenskapene og utseendekarakteristikkene for de herdede beleggene oppnådd ved herding av blanding H.

Dette eksempel illustrerer at en sulfonimidherdekatalysator ifølge oppfinnelsen frembringer utmerkede pulverbelegg med Alftalat® AN 745 samt Arakote® 3109 polyestere ved  
20 to forskjellige temperaturer.

TABELL 4

Pulverbelegg med Alftalat® AN 745 og Powderlink® 1174  
herdet med en sulfonimidherdekatalysator

## HERDBAR BLANDING H

5	175°C herding	190° herding	
	<u>FILMUTSEENDE</u>		
10		Appelsin- skall Mikro- blemmer	Appelsin- skall Mikro- blemmer
15	<u>FILMEGENSKAPER</u>		
	Filmtykkelse (mils)	2,3-2,8	2,5-2,5
20	Filmtykkelse (mm)	0,058-0,071	0,053-0,064
	Hardhet, KHN <sub>25</sub>	10,9	10,5
	MEK gnidninger	200+	200+
25	Slag F/R (i-lb)	160/160	160/160
	Farge, tristimulus	-0,07	-0,06
30	Glans, 60°	92,7	91,4
	Glans, 20°	77,1	73,4
	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
35	Fuktighet (60°C), Tid (timer)	432	504
	Utseende (etter testing)	Økte mikroblemmer	Ingen forandring
40	Saltsprøyt, tid (timer)	1070	1070
	Kryping (mm)	1	1
45	Utseende (etter testing)	Ingen forandring	Ingen forandring

EKSEMPEL 6

Den herdbare blandingen I ble fremstilt ved metoden beskrevet i EKSEMPEL 2. Den ble herdet ved 175 og 190°C ved fremgangsmåten beskrevet i EKSEMPEL 2.

5

BLANDING I

	Vekt (g)
Rucote® 101 polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
10 Sulfonimidherdekatalysator i EKSEMPEL 1,	
DEL A	0,50
Benzoin (et fast additiv)	2,40
R960-48 titandioksydpigment	40,00
Resiflow III flytkontrollmiddel	1,30

15

TABELL 5 sammenfatter filmegenskapene og utseendekarakteristikkene for de herdede beleggene oppnådd ved herding av blanding I.

20 Dette eksempel illustrerer at en sulfonimidherdekatalysator ifølge Eksempel 1, del A frembringer utmerkede pulverbelegg med Rucote® 101 samt Alftalat® AN 745 og Arakote® 3109 polyestere ved to forskjellige temperaturer.

TABELL 5

Pulverbelegg med Rucote® 101 og Powderlink® 1174  
herdet med en sulfonimidherdekatalysator

## HERDBAR BLANDING I

5

	175°C herding	190°C herding
10 <u>FILMUTSEENDE</u>	Appelsin- skall Mikro- blemmer	Appelsin- skall Mikro- blemmer
15 <u>FILMEGENSKAPER</u>		
Filmtykkelse (mils)	2,0-2,6	1,7-2,4
20 Filmtykkelse (mm)	0,051-0,066	0,043-0,061
Hardhet, KHN <sub>25</sub>	11,9	10,8
25 MEK gnidninger	200+	200+
Slag F/R (i-lb)	160/160	160/160
Farge, tristimulus	-0,06	-0,07
30 Glans, 60°	83,5	91,7
Glans, 20°	66,7	74,6
35 <u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
Fuktighet (60°C), Tid (timer)	336	504
40 Utseende (etter testing)	Noe tap av glans	Ingen forandring
Saltsprøyt, Tid (timer)	1070	1070
45 Krypning (mm)	1	3
Utseende (etter testing)	Noen blemmer	Noen blemmer

EKSEMPEL 7

Ytterligere en sulfonimidherdekatalysator ble fremstilt ved fremgangsmåten i EKSEMPEL 1, DEL A, ved anvendelse av de samme reaksjonsbetingelser, men forskjellige reaktanter:

5

di-(4-klorbenzen)sulfonimid, fremstilt ut i fra  
4-klorbenzensulfonamid og  
4-klorbenzensulfonylklorid.

10 Ytterligere to herdbare blandinger ble fremstilt som følger:

BLANDING J

	Vekt (g)
15 Arakote® 3109 polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
di-(benzen)sulfonimidherdekatalysator	0,30
Benzoin (et fast additiv)	1,40
R960-48 titandioksydpigment	40,00
20 Resiflow III flytkontrollmiddel	1,30

BLANDING K

	Vekt (g)
Arakote® 3109 polyester (fast)	94,00
25 Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
di-(4-klorbenzen)sulfonimidherdekatalysator	0,30
Benzoin (et fast additiv)	1,40
R960-48 titandioksydpigment	40,00
Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

30

Blandingene J og K, sammen med blanding E fra EKSEMPEL 4 ble herdet ved 190°C/20 min. ved fremgangsmåten ifølge EKSEMPEL 2. Resultatene er sammensatt i TABELL 6.

35 Dette eksempel illustrerer at både symmetriske og usymmetriske sulfonimidherdekatalysatorer ifølge oppfinnelsen er effektive katalysatorer. Det illustrerer videre at N-(metansulfonyl)-p-toluensulfonimidherdekatalysator frembringer utmerkede filmegenskaper og akseptabelt utseende.

TABELL 6

Virkning av symmetrisk og usymmetrisk herdekatalysator  
på filmegenskaper og utseende

## HERDBARE BLANDINGER

	Blanding E	Blanding J	Blanding K
5			
10	<u>FILMUTSEENDE</u>		
	Appelsin- skall	Appelsin- skall	Appelsin- skall
15	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer	Mikro- blemmer
		Noen rynker	Rynker
20	<u>FILMEGENSKAPER</u>		
	Filmtykkelse (mils)	2,4-2,9	2,0-3,0
	Filmtykkelse (mm)	0,061-0,074	0,051-0,076
25	Hardhet KHN <sub>25</sub>	12,1	12,4
	MEK gnidninger	20/200+	200+
30	Slag F/R (i-lb)	160/160	160/160
	Farge, tristimulus	-0,06	-0,04
35	Glans, 60°	92,7	93,9
	Glans, 20°	78,6	75,0
40	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
	Fuktighet (60°C), Tid (timer)	456	600
	Utseende etter testing forandring	Tap av glans	Ingen forandring
	Saltsprøyt, tid (timer)	1008	1008
50	Kryping (mm)	1	0
	Utseende (etter testing)	9	9
55			

EKSEMPEL 8

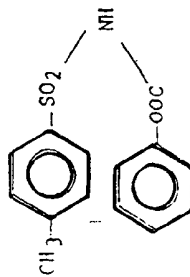
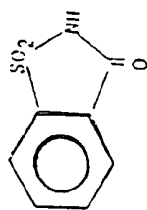
Dette eksempel illustrerer at mange forskjellige ikke-sulfonimidforbindelser er uegnet som katalysatorer i blandingen ifølge denne oppfinnelse, sammenlignet med blandingen E i eksempel 4 under de samme betingelser. Resultatene er sammensatt i tabell 7.

Det konkluderes ut i fra resultatene i tabell 7 at blanding E som inneholder sulfonimidet ifølge eksempel 1, del A, har bedre samlede egenskaper når den sammenlignes med beslektede katalysatorsystemer.

TABELL 7

SAMMENLIGNING AV FILMEGENSKAPER FOR SULFONIMIDER MED ANDRE KATALYSATORER I PULVERBELEGG

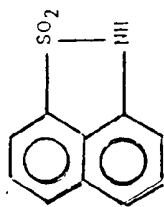
	MEK GNIDNING	SLAG, F/R	GLANS 60°/20°	UTSEENDE FØR TESTING
Blanding E inneholdende sulfonimid ifølge EKSEMPEL 1, DEL A	20/200+	160/160	92,7/78,6	Appelsinskall Mikroblemmer
	1/3	-	-	-
	1/5	-	-	-



TABELL 7 (forts.)

SAMMENLIGNING AV FILMEGENSKAPER FOR SULFONIMIDER MED ANDRE KATALYSATORER I PULVERBELEGG

MEK GNIDNINGER      SLAG, F/R      GLANS 60°/20°      UTSEENDE FØR TESTING

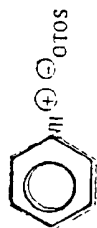


< 1

NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>H

1/12

47



200+

160/120-140

71, 8/23

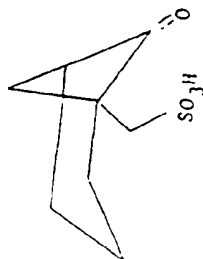
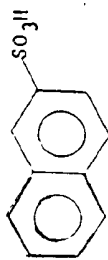
Rynker  
Kratere

301078

TABELL 7 (forts.)

SAMMENLIGNING AV FILMEGENSKAPER FOR SULFONIMIDER MED ANDRE KATALYSATORER I PULVERBELEGG

MEK GNIDNINGER	SLAG, F/R	GLANS 60°/20°	UTSEENDE FØR TESTING
200+	60-80/0-20	79,4/32,8	Appelsinskall Mikroblesmer Knappenålshull
50/200	50-60/0-5	29,4/6,4	Teksturett



EKSEMPEL 9

Dette eksempel illustrerer at pulverbelegg-  
blandinger ifølge oppfinnelsen inneholdende sulfonimid-  
herdekatalysator ifølge oppfinnelsen, herder raskere og  
5 frembringer filmer med overlegne samlede filmegenskaper og  
utseendekarakteristikker enn lignende blandinger inneholdende  
benzointosylat som herdekatalysator.

Følgende herdbare blandinger, herdbar blanding L og  
herdbar blanding M, ble formulert og deretter herdet ved  
10 175°C (20 min.) og ved 190°C (20 min.) ifølge fremgangsmåten  
i EKSEMPEL 2.

BLANDING L

	<u>Vekt (g)</u>
15 Arakote® 3109 polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,00
Sulfonimidherdekatalysator i EKSEMPEL 1, DEL A	0,5
Benzoin (et fast additiv)	2,4
20 R960-48 titandioksydpigment	40,00
Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,3

BLANDING M

	<u>Vekt (g)</u>
25 Arakote® 3109 polyester (fast)	94,00
Powderlink® 1174 tverrbindingsmiddel (fast)	6,0
Benzointosylat (fast)	2,0
Benzoin (et fast additiv)	1,4
R960-48 titandioksydpigment	40,00
30 Resiflow P-67 flytkontrollmiddel	1,25

Tabell 8 sammenfatter filmegenskapene og utseendekarak-  
teristikkene for de herdete filmene oppnådd ved herding av  
sammenligningsparet (blandingene L og M) ved 175°C. Tabell 9  
beskriver det samme ved 190°C.

35 Det konkluderes ut i fra resultatene i tabellene 8 og 9  
at filmer oppnådd ved herding av blandingene ifølge opp-  
finnelsen har mer overlegne filmegenskaper og utseendekarak-  
teristikker enn lignende filmer herdet med benzointosylat.  
Det kan også konkluderes at høyere innhold av benzointosylat-

katalysator er nødvendig for å oppnå herding sammenlignet med sulfonimidkatalysatorer.

TABELL 8

<u>Sammenligning av en sulfonimidherdekatalysator</u>			
<u>ifølge oppfinnelsen med</u>			
<u>benzointosylat i pulverblegg herdet ved 175°C</u>			
	<u>Sulfonimid*</u>	<u>Benzointosylat</u>	
	<u>Herdbar blanding L</u>	<u>Herdbar blanding M</u>	
10	<u>FILMUTSEENDE</u>		
	Appelsinskall Mikroblemmer	Appelsinskall Mikroblemmer	
	<u>FILMEGENSKAPER</u>		
15	Filmtykkelse (mils)	1,5-2,2	2,0-2,2
	Filmtykkelse (mm)	0,038-0,056	0,051-0,059
20	Hardhet, KHN <sub>25</sub>	11,3	11,9
	MEK gnidninger	20/200+	1/15
	Slag F/R (i-lb)	160/160	20-30/0-5
25	Farge, tristimulus	-0,06	-0,06
	Glans, 60°	81,1	92,4
30	Glans, 80°	56,5	79,5
	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
35	Fuktighet (60°C),		
	Tid (timer)	504	96
	Utseende etter testing	Ingen forandring	Tap av glans
40	Saltsprøyt,		
	Tid (timer)	888	528
45	Kryping (mm)	3	0
	Utseende etter testing	Blemmer	Blemmer
50	* N-metansulfonyl-p-toluensulfonamid, sulfonimidkatalysator ifølge EKSEMPEL 1, DEL A		

TABELL 9

Sammenligning av en sulfonimidherdekatalysator  
ifølge oppfinnelsen med  
benzointosylat i pulvertelegg herdet ved 190°C

5	<u>Sulfonimid*</u>	<u>Benzointosylat</u>	
	<u>Herdbar blanding L</u>	<u>Herdbar blanding M</u>	
	<u>FILMUTSEENDE</u>		
	Appelsinskall Mikroblemmer	Appelsinskall Mikroblemmer	
10	<u>FILMEGENSKAPER</u>		
	Filmtykkelse (mils)	1,5-2,2	1,6-2,0
15	Filmtykkelse (mm)	0,038-0,056	0,041-0,056
	Hardhet, KHN <sub>25</sub>	11,2	11,6
20	MEK gnidninger	200+	200+
	Slag F/R (i-lb)	160/160	150-160/150-160
	Farge, tristimulus	-0,05	-0,06
25	Glans, 60°	93,5	94,4
	Glans, 80°	74,9	83,4
	<u>BESTANDIGHETSEGENSKAPER</u>		
30	Fuktighet (60°C),		
	Tid (timer)	504	264
35	Utseende etter testing	Ingen forandring	Økede mikroblemmer
	Saltsprøyt,		
40	Tid (timer)	960	528
	Kryping (mm)	4	0
45	Utseende etter testing	Blemmer	Blemmer

\* N-metansulfonyl-p-toluensulfonamid, sulfonimidkatalysator  
ifølge EKSEMPEL 1, DEL A

EKSEMPEL 10

Dette eksempel illustrerer at løsningsmiddelbaserte beleggblandinger ifølge oppfinnelsen inneholdende en sulfonimidherdekatalysator, herder med en hastighet som er sammenlignbar med sulfonsyre-herdede blandinger.

<u>BLANDING N</u>	<u>Vekt (g)</u>
JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	81,5
CYMEL® 1168 Tverrbindingsmiddel	35,00
10 di-benzensulfonimid (52% løsning)	1,00
n-butanol	20,00
xylene	16,55
Ikke-flyktige : 65 vekt-%	
Harpiks/Tverrbinder	
15 Vektforhold : 65/35	
Katalysator basert på	
harpiksfaststoff : 0,5 vekt-%	

<u>BLANDING O</u>	
20 JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	81,25
CYMEL® 1168 Tverrbindingsmiddel	35,00
p-toluensulfonsyre (40 vekt-% løsning)	0,75
n-butanol	20,00
Xylene	16,55
25 Ikke-flyktige : 65 vekt-%	
Harpiks/Tverrbinder	
Vektforhold : 65/35	
Katalysator basert	
på harpiksfaststoff : 0,3 vekt-%	

30 Herding av blandningene N og O

De herdbare blandningene N og O ble påført på Bonderite 100 kaldvalset stål (CRS) substratpaneler ved hjelp av en # 46 wireapplikator og ble herdet ved oppvarming ved et herdeprogram på 30 min. ved 121°C (250°F). Den herdede filmen ble evaluert ved standardmetoder bredt akseptert av beleggindustrien. De fysiske egenskaper for de herdede filmene oppnådd ved herding av blanding N og blanding O er oppført i tabell 10. Tabell 10 viser at blandingenes herdehastigheter

er sammenlignbare. Dette er uventet siden surheten av sulfonimidkatalysatorer er lavere enn p-toluensulfonsyre for sammenlignbare herdinger. Brukstiden er også forbedret og utseende av den herdede film er bedre.

Det konkluderes ut i fra dette eksempel at sulfonimidherdekatalysatorer ifølge denne oppfinnelse er effektive katalysatorer i løsningsmiddelbaserte belegg, og at de herder ved en hastighet som er sammenlignbar med de utstrakt anvendte sulfonsyrekatalysatorer.

TABELL 10

Herderespons for løsningsmiddelbaserte belegg  
Sammenligning av sulfonimid- og sulfonsyrekatalysatorer

	<u>BLANDING N<sup>(a)</sup></u>	<u>BLANDING O<sup>(b)</sup></u>
<u>Filmtykkelse</u>		
Mils	1,65-1,75	1,65-1,75
mm	0,042-0,044	0,042-0,044
<u>121°C/30 min. herding</u>		
Hardhet, KHN <sub>25</sub>	8,0	9,0
MEK gnidninger	200+ <sup>(c)</sup>	200+
<u>135°C/30 min. herding</u>		
Hardhet, KHN <sub>25</sub>	9,7	9,6
MEK gnidninger	200+	200+
<u>149°C/30 min. herding</u>		
Hardhet, KHN <sub>25</sub>	10,1	10,0
MEK gnidninger	200+	200+

<sup>(a)</sup> Blandingen inneholder di-benzensulfonimid.

<sup>(b)</sup> Blandingen inneholder p-toluensulfonsyre.

<sup>(c)</sup> Filmen skrapes av med vanskelighet ved anvendelse av fingernegl umiddelbart etter 200 dobbeltgnidninger

(filmen skrapes mens den enda er fuktig av MEK).

EKSEMPEL 11

Dette eksempel illustrerer mindre gulning av sulfonimidherdede blandinger i forhold til sulfonsyreherdede blandinger

i løsningsmiddelbaserte belegg med basisbelegg/klart belegg under herdebetingelser med overvarme.

#### HVITT BASISBELEGG

5 Basisbelegget ble fremstilt ved en fremgangsmåte i likhet med fremgangsmåten beskrevet i Eksempel 10 ved anvendelse av følgende bestanddeler og betingelser:

	<u>Basisbelegg formulering A</u>	<u>Vekt (g)</u>
10	JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	60,00
	OR-650 titandioksydpigment	80,00
	metylamylketon	18,00
	BYK® P 104-S fuktemiddel	0,80
15	(et produkt fra Byk-Mallinckrodt Company, Wallingford, CT)	

#### Basisbelegg formulering B

	JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	40,00
	CYMEL® 303 tverrbindingsmiddel	20,00
20	n-butanol	15,00
	p-toluensulfonsyre (40% løsning)	1,00

Etter maling av formulering A i en 3-valset mølle, ble formulering B tilsatt til den malte formulering A, og påført 25 på EP1-P60 panel grunnet med ED-3150A, tilgjengelig fra Advanced Coating Technologies, Hillsdale, MO, ved anvendelse av en wireapplikator # 34. De resulterende paneler ble herdet ved 121°C (250°F) i 15 min., og deretter ble det klare toppbelegget blanding P og blanding Q (nedenfor) begge påført 30 på to separate paneler belagt med basisbelegget.

#### KLARE TOPPBELEGGBLANDINGER

	<u>BLANDING P</u>	<u>Vekt (g)</u>
	JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	81,30
35	CYMEL® 1170 Tverrbindingsmiddel	35,00
	di-benzensulfonimid	0,52
	n-butanol	16,00
	Xylen	21,50
	Ikke-flyktige : 65 vekt-%	

Harpiks/Tverrbinder-  
vektforhold : 65/35  
Katalysator basert på  
harpiksfaststoff : 0,5 vekt-%

5

BLANDING QVekt (g)

JONCRYL® 500 akryl-harpiks (80% faststoff)	81,30
CYMEL® 1170 Tverrbindingsmiddel	35,00
p-toluensulfonsyre	0,30
10 n-butanol	16,00
Xylen	21,50
Ikke-flyktige : 65 vekt-%	
Harpiks/Tverrbinder- vektforhold : 65/35	
15 Katalysator basert på harpiksfaststoff : 0,3 vekt-%	

De klare beleggblendingene P og Q ble begge påført på basisbelagte paneler ved anvendelse av en wireapplikator #46 og deretter herdet; først ved 121°C/30 min. herding etterfulgt av en ytterligere 149°C/30 min. herding, som simulerte overvarmebetingelser som vanligvis forekommer i en beleggingsfremgangsmåte. Resultatene er sammensatt i tabell 11.

25 Det konkluderes ut i fra resultatene i tabell 11 at de løsningsmiddelbaserte beleggblendingene ifølge oppfinnelsen inneholdende de nye sulfonimidherdekatalysatorene ifølge oppfinnelsen, har bedre overvarmetoleranse enn sulfonsyre-katalyserte blandinger når de herdes under overvarmebetingelser.

30

TABELL 11

Gulning av løsningsmiddelbaserte belegg med  
basisbelegg/klart belegg under overvarmebetingelser  
Sammenligning av sulfonimid og sulfonsyrekatalysatorer

5		<u>BLANDING P<sup>(a)</sup></u>	<u>BLANDING O<sup>(b)</sup></u>
	Filmtykkelse mils/mm		
	<hr/>		
	Basisbelegg	1,26/0,032	1,28/0,032
10	Klart belegg	1,59/0,040	1,48/0,038
	Hardhet, KHN <sub>25</sub> (Klart belegg)		
	<hr/>		
15	121°C/30 min. herding	0,8	8,0
	121°C/30 min. herding + 149°C/30 min. overvarme	9,3	10,3
20	<u>Gul indeks</u>		
	121°C/30 min. herding	-1,56	-1,28
	121°C/30 min. herding + 149°C/30 min. overvarme	+2,18	+5,32
25	Samlet fargeforandring (forskjell i E)	2,71	4,39

(a) Blanding inneholdende di-benzensulfonimid.

30 (b) Blanding inneholdende p-toluensulfonsyre.

## P a t e n t k r a v :

1. Herdbar blanding, omfattende

(i) en herdekatalysator,

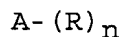
(ii) en tverrbindingssmessig effektiv mengde av et aminoplast-tverrbindingssmiddel inneholdende minst 2 tverrbindbare grupper,

(iii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å reagere med aminoplast-tverrbindingssmidler, og

k a r a k t e r i s e r t v e d at herdekatalysatoren er et sulfonimid.

2. Blanding ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at aminoplast-tverrbindingssmidlet (ii) er representert ved formelen



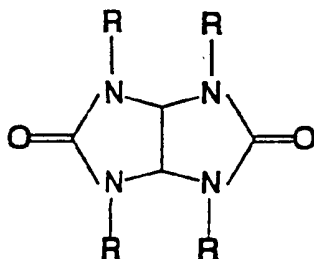
hvor  $n$  er minst 2,  $A$  er et substituert polyamino-ankermolekyl, og hver  $R$ -gruppe er uavhengig valgt fra hydroksymetyl,

alkoksymetyl, hydrogen, eller alkyl med 1 til 10 karbon-

atomer; under den forutsetning at minst to  $R$ -grupper er valgt fra hydroksymetyl, alkoksymetyl, eller blandinger derav.

3. Blanding ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at aminoplast-tverrbindingssmidlet (ii) er et  $N$ -substituert glykoluril representert ved formelen



hvor minst to av  $R$ -gruppene er valgt fra gruppen bestående av hydroksymetyl, metoksymetyl, etoksymetyl, propoksymetyl,

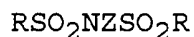
butoksymetyl, pentoksymetyl, heksoksymetyl, heptoksymetyl,

oktoksymetyl, nonoksymetyl, dekoksymetyl og blandinger derav,

og de gjenværende  $R$ -gruppene er hydrogen eller alkyl.

4. Blanding ifølge krav 1,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at sulfonimidet er valgt  
fra gruppen som består av

(a) et sulfonimid representert ved formelen



hvor i hver av R-gruppene uavhengig er

(a1) en lineær, forgrenet, eller cyklisk alkyl-, fluor-  
alkyl- eller N,N-dialkylaminogruppe med 1 til 20  
karbonatomer, eller blandinger derav, eller

(a2) en arylgruppe med 1 til 20 karbonatomer innehol-  
dende 5 eller færre aromatiske eller heterocykliske  
aromatiske ringer substituert med R<sup>1</sup>-, R<sup>2</sup>-, R<sup>3</sup>-,  
R<sup>4</sup>- og R<sup>5</sup>-grupper, hvori R<sup>1</sup>-, R<sup>2</sup>-, R<sup>3</sup>-, R<sup>4</sup> og R<sup>5</sup>-  
gruppene er de samme eller forskjellige grupper

valgt fra gruppen bestående av hydrogen-, fluor-,  
alkyl-, fluoralkyl-, aryl-, halogenaryl-,  
karboksy-, merkpto-, vinyl-, klor-, brom-, cyano-,  
nitro-, sulfonyl-, acyl-, alkoksykarbonyl-,  
alkoksy-, perfluoralkoksy-, hydroksey-, amino-,  
acylamino-, alkoksykarbonylamino-, karbamoyl-,  
aminokarbonyl-, N-alkylaminokarbonyl- og N,N-  
dialkylaminokarbonyl-grupper, eller

(a3) en aralkylgruppe hvori alkyl- og arylgruppene har  
den samme betydning som alkyl- og aryl-gruppene i

(a1) og (a2) ovenfor, og

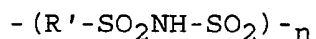
hvor i Z-gruppen er

(a4) hydrogen,

(a5) acyl eller

(a6) en alkylgruppe eller en aralkylgruppe med 1 til 20  
karbonatomer

(b) et lineært polyfunksjonelt sulfonimid representert ved  
formelen



hvor n-grupper av  $-(\text{R}'\text{-SO}_2\text{NH-SO}_2)$ -enheter kan være de  
samme eller forskjellige, og R'-gruppen i hver av n-  
enhetene er uavhengig valgt fra gruppen bestående av

(b1) en lineær, forgrenet eller cyklisk alkyl- eller  
fluoralkyl- gruppe med 1 til 20 karbonatomer,

(b2) en arylengruppe med 1 til 20 karbonatomer og inneholdende 5 eller færre karbocykliske eller heterocykliske aromatiske ringer substituert med R<sup>1</sup>-, R<sup>2</sup>-, R<sup>3</sup>-, R<sup>4</sup>- og R<sup>5</sup>-gruppene, hvori R<sup>1</sup>-, R<sup>2</sup>-, R<sup>3</sup>-, R<sup>4</sup>- og R<sup>5</sup>-gruppene er de samme eller forskjellige grupper valgt fra gruppen bestående av hydrogen-, fluor-, alkyl-, fluoralkyl-, aryl-, halogenaryl-, karboksy-, merkapto-, vinyl-, klor-, brom-, cyano-, nitro-, sulfonyl-, acyl-, alkoksykarbonyl-, alkoksy-, perfluoralkoksy-, hydroksy-, amino-, acylamino-, alkoksykarbonylamino-, karbamoyl-, aminokarbonyl-, N-alkyl-aminokarbonyl- og N,N-dialkylaminokarbonyl-grupper, og

(b3) en aralkylengruppe hvor alkylen- og arylen-gruppene har den samme betydning som alkylen- og arylen-gruppene (b1) og (b2);

(c) et tilknyttet polyfunksjonelt sulfonimid representert ved formelen

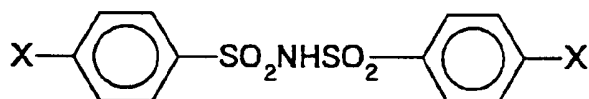


hvor P er en polyfunksjonell gruppe eller en polymer med en molekylvekt høyere enn 500, R<sup>n</sup> er en alkyl- eller arylgruppe med 1 til 20 karbonatomer, og n' er 2 eller større, og

(d) aminsalter av de ovennevnte sulfonamider, anvendt som en latent-reaktiv herdekatalysator.

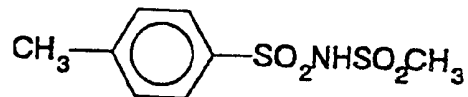
5. Blanding ifølge krav 4,

karakterisert ved at sulfonimidet er representert ved formelen



hvor X uavhengig er valgt fra gruppen bestående av hydrogen-, klor-, metyl-, nitro-, amino-, cyano-, alkoksykarbonyl-, karboksyl-, acyl-, N-alkylaminokarbonyl-, og N,N-dialkylaminokarbonyl-grupper.

6. Blanding ifølge krav 4,  
karakterisert ved at sulfonimidet er  
representert ved formelen



10

7. Blanding ifølge krav 1,  
karakterisert ved at minst én av bestand-  
delene (i), (ii) og (iii) er et faststoff ved 40°C.

15

8. Katalysator/tverrbinderkombinasjon som er en blanding  
omfattende

- (a) en partikkelformig herdekatalysator, og
- (b) et partikkelformig aminoplast-tverrbindingsmiddel  
inneholdende minst to tverrbindbare grupper,

20

karakterisert ved at den partikkelformige  
herdekatalysator er et partikkelformig sulfonimid, og at  
vektforholdet (a):(b) er fra 1:4 til 1:400.

25

9. Katalysator/tverrbinderkombinasjon ifølge krav 8,  
karakterisert ved at herdekatalysatoren (a)  
er omsetningsproduktet av et usubstituert sulfonimid og et  
amin til å gi et aminsalt.

30

10. Fremgangsmåte for belegging av substrater ved å kontakte  
nevnte substrat med en beleggblending omfattende

- (i) en herdekatalysator,
- (ii) en tverrbindingmessig effektiv mengde av et  
aminoplasttverrbindingsmiddel inneholdende minst 2  
tverrbindbare grupper,
- (iii) et flerfunksjonelt materiale som er i stand til å  
35 reagere med aminoplast-tverrbindingsmidler, og
- (iv) et flytende medium,

karakterisert ved at det som herdekataly-  
sator anvendes et sulfonimid.