



(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **168657**

(13) **B**

(51) Int Cl⁵ C 09 D 123/34, C 09 D 163/00,
C 09 D 5/08, C 09 D 5/24

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr 853138
(22) Inng. dag 08.08.85
(24) Løpedag 08.08.85
(41) Alm. tilgj. 10.02.86
(44) Utlegningsdag 09.12.91
(62)

(86) Int. inng. dag og søknadsnummer

(85) Videreføringsdag 09.08.84, US, 639081
(30) Prioritet 28.12.84, US, 687364

(71/73) Søker/Innehaver E.I. Du Pont de Nemours and Company, 1007 Market Street, Wilmington, DE 19898, US
(72) Oppfinner(e) Joseph Anthony Vasta, Wilmington, DE, US
(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse Belegningsmateriale på basis av klorsulfonert ethylen- vinylacetatpolymer.**

(56) **Anførte publikasjoner** Britisk (GB) patentsøknad, publ.nr. 2112388 (C07C 103/82), USA (US) patent nr. 3026294 (260-837)

(57) **Sammendrag**

Belegningsmateriale inneholdende 10 - 80 vekt% bindemiddel og 20 - 90 vekt% av et organisk oppløsningsmiddel. Bindemidlet utgjøres av (1) en klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer, (2) en epoxyharpiks, (3) et polyamin-herdemiddel og eventuelt (4) et bicyklisk amidin.

Materialet benyttes som et grunningsbelegg eller et toppbelegg for metallunderlag. Det herder ved omgivelsenes temperatur og gir belegg som oppviser utmerket adhesjon til underlaget og er sterkt, holdbart og værbestandig. Når det pigmenteres med elektrisk ledende pigmenter, kan det benyttes som et belegg for elektroder som benyttes ved elektrokjemiske reaksjoner, f.eks. gittere anvendt i bly-syre-akkumulatorbatterier.

Denne oppfinnelse angår belegningsmaterialer på basis av klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer, som herder ved omgivelsenes temperatur.

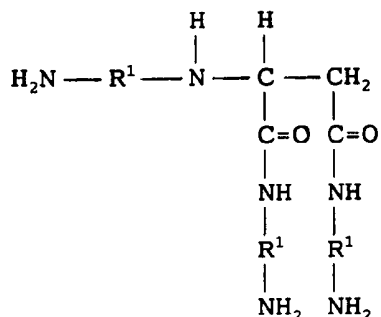
Klorsulfonerte ethylen-vinylacetatpolymerer er inerte
5 overfor sterke syrer og sterke baser, og de er væskebestandige, korrosjonsfaste overfor saltvann, sterke og slitefaste. Belegg av disse polymerer er meget anvendelige for beskyttelse av metallunderlag som er utsatt for kjemikalier og vær og vind. Slike belegg er således anvendelige i kjemiske fabrikker og
10 oljeraffinerier for belegning av rørledninger, beholdere, lagertanker og annet utstyr, og de er likeledes anvendelige som belegg for offshore-oljeboringsplattformer, lektere, husbåter og skip. I kombinasjon med fluorcarbonpolymerbelegg vil dessuten slike belegg gi beskyttelsesbelegg for anvendelse på innsiden av skorsteiner i kraftverk. Imidlertid krever konvensjonelle belegg dannet med klorsulfonerte ethylen-vinylacetatpolymerer enten herding ved forhøyede temperaturer - hvilket
15 ikke er gjennomførlig for de ovennevnte store konstruksjoner - eller lang herdetid, såsom én eller to uker, hvorunder belegget lett kan beskadiges. Det er derfor behov for et belegningsmateriale som vil herde hurtig ved omgivelsenes temperatur.

I henhold til oppfinnelsen tilveiebringes det et belegningsmateriale som herder hurtig ved omgivelsenes temperatur, hefter til en rekke forskjellige underlag og er værbe-
25 standig, korrosjonsresistent og slitest.

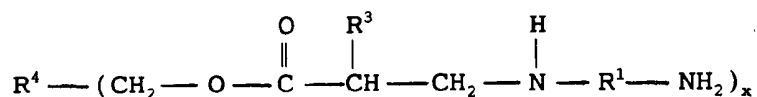
Det nye belegningsmateriale inneholder 10-80 vekt% bindemiddel, 20-90 vekt% av et organisk oppløsningsmiddel og eventuelt mindre mengder av vanlige additiver, hvor bindemidlet utgjøres av (1) en klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer som inneholder 10-30 vekt% innpolymerisert vinylacetat, har en smelteindeks på 350-10.000 og inneholder 40-48 vekt% klor og inntil 3 vekt% svovel bundet i sulfonylkloridgrupper, (2) en epoxyharpiks og eventuelt (3) et bicyklisk amidin. Belegningsmaterialet er karakteristisk ved at det des-
35 suten inneholder (4) et polyamin-herdemiddel med den generelle formel:

168657

2



eller



hvor R^1 er et alifatisk eller cykloalifatisk radikal, R^4 er C
 eller en hydrocarbongruppe, R^3 er H eller CH_3 , og x er 3 eller
 4, idet når x er 3, er R^4 en hydrocarbongruppe, og når x er 4
 er R^4 et carbonatom C.

En av fordelene med det nye belegningsmateriale er at
 det herder hurtig ved omgivelsenes temperatur, og at opp-
 varmning ikke er nødvendig. Derfor kan materialet benyttes på
 store konstruksjoner, såsom skip, lektere og husbåter, lager-
 tanker for kjemikalier, kjemiske reaktorer og andre store ut-
 styrsenheter som benyttes i raffinerier og kjemiske fabrikker.
 Disse konstruksjoner ville ikke kunne underkastes oppvarm-
 ningstemperaturer under anvendelse av konvensjonelle metoder,
 og det kan derfor ikke benyttes konvensjonelle belegnings-
 materialer som krever oppvarmning.

Den klorsulfonerte ethylen-vinylacetatpolymer innehol-
 der 10 - 30 vekt%, fortrinnsvis 16 - 26 vekt%, polymerisert
 vinylacetat. Polymeren har en smelteindeks på 350 - 10 000,
 fortrinnsvis 400 - 1000. Smelteindeksen bestemmes etter ASTM
 D1234-65T, revidert 1965 (betingelse E). Polymeren inneholder
 40 - 48 vekt%, fortrinnsvis 42 - 46 vekt%, klor. Polymeren
 inneholder inntil 3 vekt%, fortrinnsvis 0,5 - 2 vekt%, svovel
 som sulfonylklorid.

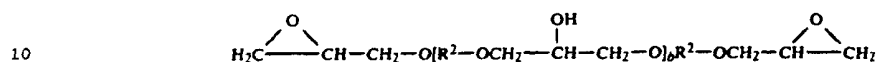
Den klorsulfonerte ethylen-vinylacetatcopolymer kan
 fremstilles ved omsetning av en ethylen-vinylacetatcopolymer

168657

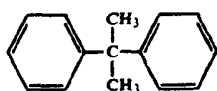
3

med et klorsulfoneringsmiddel ved temperaturer på 80 - 100°C, idet reaksjonen vanligvis utføres i nærvær av en fri-radikal-initiator. Et typisk klorsulfoneringsmiddel er sulfonyl-klorid, og en typisk initiator er 2,2'-azobis- 2-methylpropan-nitril.

En epoxyharpiks som kan anvendes i materialet, har formelen:

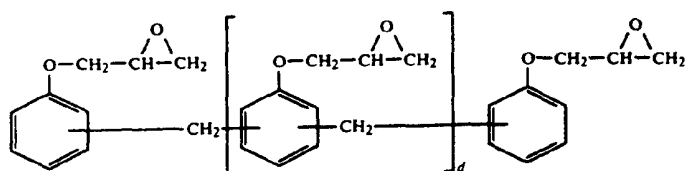


hvor b er et positivt helt tall på 0,5 - 4. Fortrinnsvis er epoxyharpiksen polymerisasjonsproduktet av epiklorhydrin og bisfenol. I en foretrukken epoxyharpiks er R² i den ovenstående formel



Typiske for disse foretrukne epoxyharpikser er "Epon 828", som har en ekvivalentvekt på 185-192, og som produseres av Shell Chemical Company, og "DER 331", som har en ekvivalentvekt på 182-190, og som produseres av The Dow Chemical Company. Ekvivalentvekten er det antall gram harpiks som inneholder 1 gramekvivalent epoxyd.

En epoxynovolakharpiks som kan anvendes i materialet, har formelen:



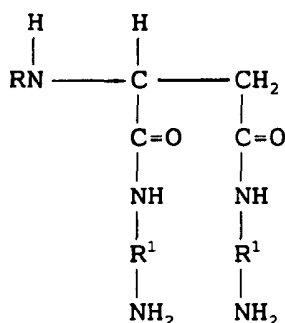
hvor d er et positivt helt tall på 0,2 - 2. Foretrukne epoxynovolakharpikser er "DEN 431", hvor d har en middelvei på 0,2, "DEN 438", hvor d har en middelvei på 1,6 og "DEN 439",

168657

4

hvor d har en middelvei på 1,8. Disse harpikser fremstilles av Dow Chemical Company.

Belegningsmaterialet kan inneholde et polyamin-herdemiddel med formelen:

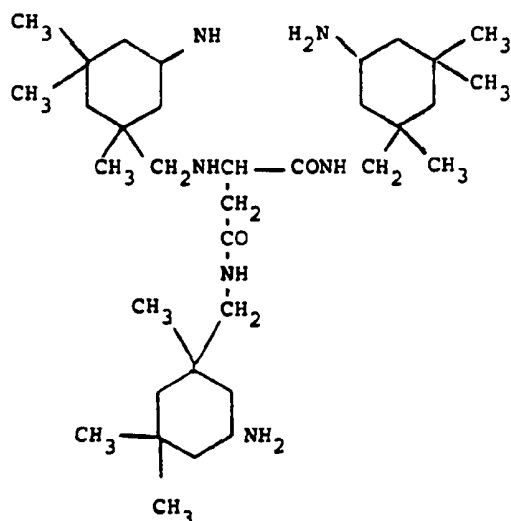


hvor R^1 er et alifatisk eller cycloalifatisk hydrocarbonradikal. Det alifatiske hydrocarbonradikal kan ha 2-9 carbonatomer, mens det cycloalifatiske hydrocarbonradikal kan ha 7-10 carbonatomer.

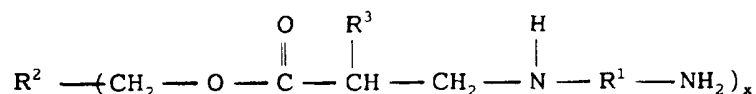
Herdemidlet fremstilles ved omsetning av 3 mol av et alifatisk eller cycloalifatisk polyamin med 1 mol av et dialkylmaleat. Det benyttes reaksjonstemperaturer på 100 - 150°C og reaksjonstider på 1 - 6 timer for å danne herdemidlet, mens en alkanol som dannes under reaksjonen, fjernes.

Typiske polyaminer som anvendes for fremstilling av herdemidlet, er isoforondiamin, som er 3-aminoethyl-3-, 5,5-trimethyl-cyclohexylamin; hexamethylendiamin, ethylendiamin, 1,4-cyclohexan-bis-(methylamin), 1,2-diaminopropan, propylen-diamin, diethyletherdiamin og trimethylhexamethylmethylen-diamin. Typiske dialkylmaleater er dimethylmaleat, diethylmaleat, ethylmethylmaleat, dipropylmaleat, dibutylmaleat og lignende.

Et foretrukket herdemiddel er reaksjonsproduktet mellom isoforondiamin og dimethylmaleat, som har den følgende strukturformel:



Det kan også benyttes et polyamin-herdemiddel med den følgende formel:



hvor R^1 , R^3 , R^4 og x er som ovenfor angitt.

Dette esterherdemiddel fremstilles ved hjelp av en Michael's reaksjon, hvor et flerfunksjonelt acrylat eller methacrylat omsettes med et polyamin. For fremstilling av herdemidlet oppvarmes polyaminet til 100 - 150°C hvorefter det multifunksjonelle acrylat eller methacrylat omsettes med polyaminet i et tidsrom av 1 - 6 timer, hvorved det fåes et polyamin-herdemiddel.

Typiske flerfunksjonelle acrylater eller methacrylater som kan anvendes for fremstilling av herdemidlet, er trimethylolpropanacrylat, trimethylolpropanmethacrylat, trimethylolbutanmethacrylat eller -acrylat, pentaerythritolacrylat, pentaerythritolmethacrylat og lignende. I typiske tilfeller er R^4 enten C eller en hydrocarbongruppe med 2 - 4 carbonatomer.

De ovenfor angitte polyaminer benyttes for fremstilling av dette herdemiddel. Isoforondiamin foretrekkes.

Foretrukne polyamin-herdemidler er reaksjonsproduktene av de følgende: isoforondiamin og trimethylolpropanacrylat;

168657

isoforondiamin og pentaerythritolacrylat; hexamethylendi-amin og trimethylolpropanacrylat; og hexamethylendiamin og pentaerythritolacrylat.

For å redusere herdetiden og for å øke styrken og seigheten av sluttbelegget av materialet kan et bicyclisk amidin benyttes i materialet. Det bicycliske amidin forlenger i betydelig grad materialets brukstid etter at alle materialets bestanddeler er blitt blandet sammen.

Materialet kan inneholde 0,1 - 3 vekt% av det bicycliske amidin, beregnet på vekten av bindemidlet. Fortrinnsvis inneholder materialet 0,2 - 3 vekt% av det bicycliske amidin, beregnet på vekten av bindemidlet. Et foretrukket bicyclisk amidin er 1,8-diaza-bicyclo(5,4,0)-undecen-7.

I stedet for det bicycliske amidin kan man benytte 0,1 - 3 vekt%, beregnet på vekten av bindemidlet, av en sterk organisk base. Typiske anvendelige baser er tertiært alkylammoniumhydroxyd, såsom tertiært ethyl-, propyl- eller butylammoniumhydroxyd og tertiært alkylammoniummethoxyd, såsom tertiært ethyl-, propyl- eller butylammoniummethoxyd.

Det kan også tilsettes 1 - 4 vekt% fenol, beregnet på vekten av bindemidlet, for å redusere herdetiden og forbedre styrken og seigheten av det ferdige sluttbelegget.

Fortrinnsvis inneholder bindemidlet i belegningsmaterialet 40-85 vekt% av den klorsulfonerte ethylen-vinylacetatpolymer, 9-44 vekt% epoxyharpiks, 3-20 vekt% av polyaminherdemidlet og 0,1 - 3 vekt% bicyclisk amidin.

Materialet kan også tilsettes 0,5 - 5 vekt%, beregnet på vekten av bindemidlet, av en kloridionfjerner. Metallionet i kloridionfjernereren reagerer med eventuelle klorider som måtte være tilstede på underlaget som males, hvilket reduserer korrosjonen av substratet. Eksempelvis er stålet i offshore-oljeboringsplattformer dekket med et saltbelegg. Dersom saltet på overflaten av stålet ikke bindes på en eller annen måte, vil korrosjon igangsettes og hurtig akselereres. Typiske kloridionfjernere som kan anvendes, er de følgende: blynafthenat - som foretrekkes - blytallat og blyoctoat.

Når materialet påføres på underlag som er fuktige eller våte, tilsettes 0,1 - 3 vekt%, beregnet på vekten av bindemidlet, av et silikon-fuktemiddel til materialet for å oppnå god fukting av overflaten og inntrengning til metallet. Typiske silikon-fuktemidler er oxyethylenmethylsiloxaner såsom "Silwet" L-77 og "Silwet" L-7607 fremstilt av Union Carbide og andre kondensasjonsprodukter av ethylenoxyd og alkylsiloxan.

Vanligvis tilsettes materialet pigment, og det inneholder pigmenter i et vektforhold mellom pigment og bindemiddel på fra 20:100 til 200:100. Pigmentene dispergeres i materialet ved hjelp av konvensjonelle metoder, såsom ved maling i kulemølle, sandmaling, opprivningsmaling og lignende. Typiske pigmenter som kan anvendes, er metallyoxyder, såsom titandioxyd, jernoxyd og sinkoxyd, kromatpigmenter, såsom blykromat, fyllstoffpigmenter, såsom barytter, talkum, kinaleire og lignende, fosfatpigmenter, såsom sinkfosfat og sinkfosfooxyd, carbon black, svarte molybdatoxydpigmenter, bariummethaboratpigmenter og lignende.

En særlig anvendelig kombinasjon av pigmenter for et korrosjonsresistent grunningsmateriale er som følger: titandioxyd, barytter, talkum, carbon black og sinkfosfooxyd.

Materialet leveres vanligvis som et to-komponent-materiale. Komponent A inneholder klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer, epoxyharpiks og pigmenter. Komponent B inneholder polyaminherdemidlet og bicyklisk amidin. De to komponenter blandes sammen en relativt kort tid før påføringen, og det resulterende materiale påføres så på underlaget.

Oppløsningsmidler som benyttes i materialet, velges slik at de tillater herding ved omgivelsenes temperatur og har en høy fordampningshastighet ved slike temperaturer. Typiske anvendelige oppløsningsmidler er alkoholer, såsom methanol, ethanol, propanol, isopropanol og benzylalkohol, acetater, såsom ethylacetat, og andre oppløsningsmidler, såsom toluen, xylen og lignende.

Belegningsmaterialet kan påføres ved hjelp av konvensjonelle metoder, såsom ved påsprøyting, elektrostatisk påsprøyting, påføring med kost eller pensel, dypping,

strømningsbelegning og lignende. Materialet kan påføres en lang rekke underlagsmaterialer, såsom stål, jern, malt stål, behandlet stål, såsom fosfatisert stål, aluminium, plaster, tre, glass og lignende. Materialet kan herdes fullstendig, som påvist ved motstandsdyktighet mot oppløsningsmidler såsom methylethylketon, i løpet av fra 24 til 48 timer. Høyere herdetemperaturer reduserer herdetiden. Eksempelvis kan sluttbelegget oppvarmes til 80 til 120°C i 0,5 - 2 timer for å oppnå hurtig herding. Det resulterende sluttbelegg oppviser utmerket hefting til substratet og god korrosjonsresistens, og det er værbestandig og varig og kan, med riktig pigmentering, benyttes som et grunningsbelegg eller som en overdekningsgrunning for stålunderlag som er belagt med en grunning på basis av en uorganisk sinkforbindelse. En i særlig grad kjemisk resistent og varig kombinasjon av overflatebelegg på et stålunderlag utgjøres av et herdet grunningsbelegg av tykkelse 125-150 µm av belegningsmaterialet ifølge oppfinnelsen og et topplag av tykkelse 500 - 750 µm påført over førstnevnte lag, av en herdet fluorcarbonpolymer av vinylidenfluorid og hexafluorpropylen.

For enkelte applikasjoner kan belegningsmaterialet oppvarmes ved forhøyede temperaturer på 40 - 70°C i tidsrom fra 15 minutter til 3 timer. Materialet vil typisk kunne anvendes på små deler, rør med liten diameter og relativt små beholdere som lett kan anbringes i en ovn og oppvarmes. Det er mulig å sløyfe det bicykliske amidin, desom materialet skal herdes ved forhøyede temperaturer. Bindemidlet i et slikt belegningsmateriale inneholder 35 - 90 vekt% av den klorsulfonerte ethylen-vinylacetatpolymer, 7-60% epoxyharpiks og 3-20 vekt% av polyamin-herdemidlet.

En spesiell anvendelse av belegningsmaterialet ifølge oppfinnelsen er for belegning av elektroder som benyttes for utførelse av elektrokjemiske reaksjoner. Et typisk eksempel er belegning av gittere som anvendes i bly-syre-akkumulatorbatterier. Materialet er resistent overfor sterke syrer, såsom svovelsyre, som benyttes i slike batterier. Korrosjon av gitrene, som i typiske tilfeller er fremstilt av blylegeringer med antimon eller kalsium, kan reduse-

- res med fra en halvpart til en tredjedel i forhold til ubelagte gittere. Det kan oppnås en rekke fordeler ved å benytte belagte gittere i batterier, sammenlignet med konvensjonelle batterier, hvor det vanligvis ikke benyttes belagte gittere.
- 5 Batteriets brukstid kan økes fra 2 til 3 ganger, da svikt av gitrene som følge av korrosjon - som er én av årsakene til batterisvikt - reduseres vesentlig. Energiuttaket fra ett batteri kan økes uten at batteriets størrelse og vekt endres, da det kan benyttes tynnere gittere som vil ha den
- 10 samme brukstid som de tykkere og tyngre gittere som for tiden benyttes. Størrelsen og vekten av et batteri kan reduseres, under opprettholdelse av samme brukstid som for konvensjonelle batterier, fordi tynnere og lettere belagte gittere benyttes.

- Ethvert belegningsmateriale som benyttes for belegning
- 15 av elektroder, såsom batterigittere, må være elektrisk ledende. For dette formål inneholder belegningsmaterialet elektrisk ledende pigmenter i et vektforhold mellom pigment og bindemiddel på fra 50/100 til 300/100. En tørr film av tykkelse ca. 25,4 μ m av materialet bør ha en elektrisk motstand på 1-50
- 20 ohm.

- Typiske ledende pigmenter som kan anvendes, er "carbon black"-pigmenter, såsom ovnssort, acetylsort og grafitt. Et foretrukket carbon black er Gulf acetylsort. Fortrinnsvis benyttes en blanding av "carbon black"-pigmenter og fin-
- 25 delt grafitt. Også oxyder av overgangsmetaller er anvendelige ledende pigmenter, f.eks. blyoxyd, magnetitt, titan-suboxyd med formelen TiO_x , hvor x er mindre enn 2, rutheniumoxyd, blandinger av rutheniumoxyd og titansuboxyd og lignende.

- Vanligvis er gitterne i bly-syre-akkumulatorbatterier
- 30 fremstilt av antimon-bly-legeringer eller av kalsium-bly-legeringer. Fortrinnsvis påføres det først et belegg av et aminosilan. Typiske anvendelige aminosilane er gamma-aminopropyltrimethoxysilan, gamma-glycidoxytrimethoxysilan, N-(2-aminoethyl)-3-amino-propyl-trimethoxysilan og 3-[2-(vinyl-
- 35 benzyl-amino)-ethyl-amino]-propyl-trimethoxysilan. Deretter påføres gitteret et elektrisk ledende belegg av belegningsmaterialet ifølge oppfinnelsen ved spraying, og gitteret oppvarmes så ved 50 - 70°C. Det resulterende belegg kan være 10-200 μ m tykt,

- men fortrinnsvis er det 20 - 50 μ m tykt. Det oppviser utmerket elektrisk ledningsevne. Batterier som er fremstilt under anvendelse av disse belagte gittere, er i besittelse av de ovenfor omtalte fordeler.

- 5 De følgende eksempler illustrerer oppfinnelsen. Alle deler og prosentangivelser er regnet på vektbasis, såfremt ikke annet er angitt.

Eksempel 1

- 10 De følgende bestanddeler ble blandet sammen, innført i en kulemølle og malt inntil det var dannet en jevn dispersjon:

	<u>Vektdeler</u>
15 Klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer-oppløsning (toluenoppløsning med 25% faststoffinnhold av en klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer med et vinylacetatinnhold på 16-26 vekt%, en smelteindeks på 400-1000 bestemt i henhold til ASTM D1234-65T, og et klorinnhold på 42-46 vekt% og et	44,75
20 svovelinhold på 0,5-2 vekt%, idet klorete og svovelet er tilstede som sulfonylklorid)	
"DER 331" epoxyharpiks (flytende epoxyharpiks av bisfenol A og epiklorhydrin med en epoxydekvivalentvekt på 182-190 og en viskositet målt ved 35 °C på 11000-14000 cP)	4,79
25 Titandioxydpigment	9,93
Bariumsulfatpigment	7,61
Talkum	11,68
Ethylacetat	8,87
30 Toluene	6,08
Oppløsning av "Fluorad" FC 430 (2%-ig oppløsning i toluen av et ikke-ionisk, fluorkjemisk overflateaktivt middel)	0,56
Sum	94,27

- 35 Materiale B ble fremstilt ved at man blandet sammen de følgende bestanddeler:

	<u>Vektdeler</u>
• Polyamin-herdemiddelopløsning (isopropanolopløsning med 55% faststoffinnhold av reaksjonsproduktet av 3 mol isofoforondiamin og dimethylmaleat)	2,28
5 Bicyklisk amidin [1,8-diaza-bicyclo-(5,4,0)-undecen-7]	0,16
Isopropanol	<u>3,29</u>
Sum	5,73

- 10 Materiale B ble blandet grundig med den ovenfor fremstilte pigmentdispersjon og redusert med toluen til en sprayviskositet på ca. 25 sekunder, målt med et Zahn-beger nr. 2, hvorved man fikk Belegningsmateriale 1. Belegningsmateriale 1 ble sprayet på et gitter av sandblåst stål og på aluminiumplater. I begge tilfeller ble det påført tykke filmer ved at 15 man tillot flashtørring mellom hver spraypåføring. Beleggene ble tillatt å tørre ved omgivelsenes temperatur og ga en ikke-klebende film av tykkelse ca. 125 μ m i løpet av ca. 15 minutter. Etter ca. 24 timer var beleggene resistente overfor 20 methylethylketon. Etter 3 - 7 dager var beleggene fullt ut herdede og var resistente overfor oppløsningsmidler, syrer og alkalier og oppviste utmerket varighet og værbestandighet.

Et grått grunningsmateriale ble fremstilt som følger:

	<u>Vektdeler</u>
25 Klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymeropløsning (som ovenfor beskrevet)	38,84
Epoxyharpiks (som ovenfor beskrevet)	6,51
30 Titandioxydpigment	7,69
Bariumsulfatpigment	6,06
"Nalzin" 2 pigment (sinkfosfooxydpigment)	7,69
Talkum	9,23
Carbon black	0,16
35 Ethylacetat	8,51
Toluen	5,89
Oppløsning av "Fluorad" FC 430 (som ovenfor beskrevet)	<u>0,56</u>
Sum	91,12

De ovenstående bestanddeler ble blandet sammen, overført til en kulemølle og malt inntil det var dannet en jevn, gråfarget dispersjon.

5 Materiale C ble fremstilt ved at man blandet sammen de følgende bestanddeler:

	<u>Vektdeler</u>
Polyamin-herdemiddel (som ovenfor beskrevet)	3,18
Fenol	0,53
10 Bicyklisk amidin (som ovenfor beskrevet)	0,18
Benzylalkohol	0,18
Isopropanol	<u>4,81</u>
Sum	8,88

15 Materiale C ble blandet grundig med den grå dispersjon, og det resulterende grunningsmaterialet ble redusert til en sprayviskositet med toluen og sprayet på ubehandlede stålplater. Oppløsningsmidlet ble tillatt å avdampe mellom påføringer, og grunningen ble tillatt å tørke ved omgivelsenes
20 temperatur i ca. 15 minutter. Det ble dannet et grunningsbelegg av tykkelse ca. 100 µm.

Det ovenfor fremstilte belegningsmateriale 1 ble så sprayet på aluminiumplater som var grunnet med den ovenfor omtalte grunning og tillatt å flashtørre mellom hver påføring
25 med sprøytepistol og tørret ved omgivelsenes temperatur i ca. 20 minutter. Det ble dannet en total toppbeleggtykkelse på ca. 250 µm. Belegget oppviste utmerket korrosjonsresistens overfor syrer og alkalier samt utmerket bøyelighet og varbestandighet.

30

Eksempel 2

De følgende bestanddeler ble blandet sammen, tilført en kulemølle og malt inntil det var dannet en jevn dispersjon:

35

	<u>Vektdeler</u>
Klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer-oppløsning (beskrevet i eksempel 1)	98,7
"D.E.R. 331" epoxyharpiks (beskrevet i eksempel 1)	42,4
5 Toluen	296,0
Carbon black (Gulf acetylsort)	37,2
"Graphite 200-9" (findelt grafitt)	111,7
Ethylenacetat	82,2
10 Toluen	<u>331,2</u>
Sum	1000,0

15 Materiale D ble fremstilt ved at man blandet sammen de følgende bestanddeler:

	<u>Vektdeler</u>
Polyamin-herdemiddelopløsning (beskrevet i eksempel 1)	13,26
Bicyklisk amidin [1,8-diaza-bicyclo-(5,4,0)-undecen-7]	3,06
20 Toluen/ethylacetat (blanding i forholdet 50/50)	<u>172,00</u>
Sum	188,32

25 Materiale D ble blandet grundig med 300 deler av den ovenfor fremstilte pigmentdispersjon og redusert med toluen/ethylacetat til en sprayviskositet på ca. 25 minutter, målt med et Zahn-beger nr. 2, for dannelsen av en maling. Malingen ble sprayet på en glassplate til en tykkelse i tørr tilstand på 25 μm . Den elektriske motstand ble målt til ca. 5 - 7 ohm.

30 Et gitter av kalsium-bly-legering og et gitter av anti-mon-bly-legering som benyttes i akkumulatorbatterier, ble først belagt med en 2%-ig oppløsning av gamma-aminopropyltrimethoxysilan og tørret og deretter sprayet med den ovenfor fremstilte maling og oppvarmet ved ca. 65°C i ca. 1 time. Den resulterende film var ca. 40 μm tykk og oppviste utmerket
35 adhesjon til blyunderlaget.

De belagte blygittere ble neddykket i svovelsyreoppløsning og holdt ved en spenning på 2,3 volt i 4 uker. Belagget undergikk ingen blæredannelse eller forringelse, og

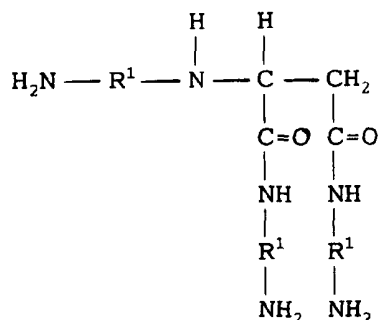
ingen korrosjon av underlaget ble iaktatt. Ubelagte blygittere som i sammenligningsøyemed ble utsatt for de samme betingelser, ble sterkt korrodert.

Bly-syre-akkumulatorbatterier fremstilt under anvendelse av de belagte blygittere forventes å ha en brukstid som er 2 - 3 ganger brukstiden for batterier fremstilt under anvendelse av ubelagte blygittere. Bly-syre-akkumulatorbatterier kan fremstilles med gittere som veier fra en tredjedel til det halve av konvensjonelle ubelagte gittere, og kan forventes å ha tilsvarende brukstid som et konvensjonelt batteri. Likeledes kan bly-syre-akkumulatorbatterier fremstilles i samme størrelse som konvensjonelle batterier men tillate vesentlig større kraftuttak, fordi gitterne kan gjøres tynnere, og fordi flere gittere kan anvendes i batteriet.

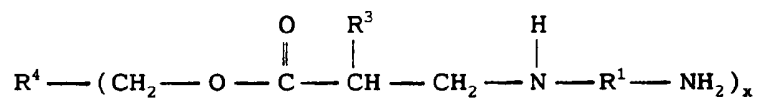
P a t e n t k r a v

1. Belegningsmateriale inneholdende 10-80 vekt% bindemiddel, 20-90 vekt% av et organisk oppløsningsmiddel og eventuelt mindre mengder av vanlige additiver, hvor bindemidlet utgjøres av (1) en klorsulfonert ethylen-vinylacetatpolymer som inneholder 10-30 vekt% innpolymerisert vinylacetat, har en smelteindeks på 350-10.000 og inneholder 40-48 vekt% klor og inntil 3 vekt% svovel bundet i sulfonylkloridgrupper, (2) en epoxyharpiks og eventuelt (3) et bicyklisk amidin,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det dessuten inneholder (4) et polyamin-herdemiddel med den generelle formel:

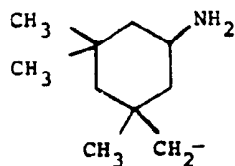


eller



hvor R^1 er et alifatisk eller cykloalifatisk radikal, R^4 er C eller en hydrocarbongruppe, R^3 er H eller CH_3 , og x er 3 eller 4, idet når x er 3, er R^4 en hydrocarbongruppe, og når x er 4 er R^4 et carbonatom C.

2. Belegningsmateriale ifølge krav 1, karakteriseret ved at gruppen R^1-NH_2 er



3. Belegningsmateriale ifølge krav 2, karakteriseret ved at bindemidlet inneholder 3-20 vekt% av polyamin-herdemidlet.