

# [12]发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 92104121.7

[51] Int.Cl<sup>5</sup>

C09D 4/06

[42] 公开日 1993 年 1 月 20 日

[22] 申请日 92.5.29

[30] 优先权

[32] 91.5.29 [33] US [31] 706,816

[71] 申请人 罗姆和哈斯公司

地址 美国宾夕法尼亚

[72] 发明人 D·A·哈莫顿

K·克郎伯格

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利

代理部

代理人 黄泽雄

C09D 5/03

说明书页数: 30 附图页数:

[54] 发明名称 单羧酸粉末涂料固化体系

[57] 摘要

一种热固性粉末涂料组合物,它具有改进的表现性质和耐风蚀性质,如选择、皱皮以及可鉴影性(DOI),同时保留了其它物理性质,如挠性、耐久性、耐溶剂和耐腐蚀性,它包括一种含羧酸基的多醇、一种含单羧酸基的物质的 $\beta$ -羟烷基酰胺固化剂。

<23>

## 权 利 要 求 书

---

1. 具有改进的光学性质的热固性粉末涂料组合物,它包括一种含羧酸基的多酯,一种  $\beta$ -羟烷基酰胺固化剂,以及一种其含量为约 0.5—15wt% (基于多酯重量计) 的含单羧酸基物质。

2. 权利要求 1 的组合物,进一步包括一种含单羧酸基的物质,该物质选自硬脂酸,肉豆蔻<sup>酸</sup>、棕榈酸、苯氧乙酸、苯氧丙酸、巴豆酸、苯甲酸和扁桃酸;芳香族酸包括苯甲酸,甲苯甲酸(邻、间和对)、乙酰水杨酸、水杨酸、甲氧苯甲酸(茴香酸)、异丙基苯甲酸、以及肉桂酸;环脂酸包括环己烷羧酸、环戊烷羧酸、糖酸等。

3. 权利要求 2 的组合物,其中含单羧酸基的物质是硬脂酸。

4. 权利要求 2 的组合物,其中含单羧酸基的物质是苯甲酸。

5. 权利要求 2 的组合物,其中含单羧酸基的物质是肉桂酸。

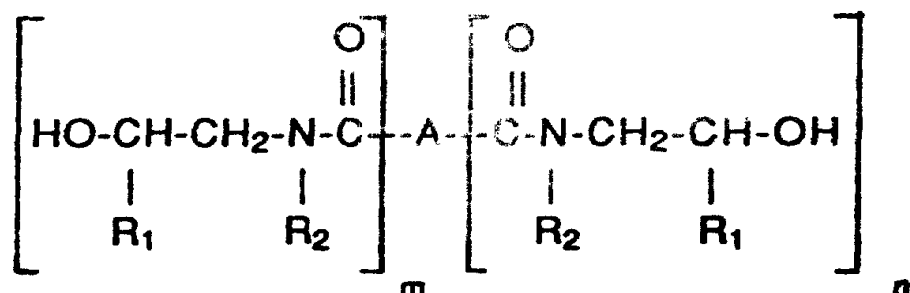
6. 权利要求 2 的组合物,其中含单羧酸基的物质是糖酸。

7. 权利要求 1 的组合物,其中含羧酸基的多酯是由脂族多醇或环脂族多醇与脂族或芳香族多羧酸和酸酐的缩合反应形成的,多酯的  $T_g$  为约 30—85°C,其酸值为约 20—80。

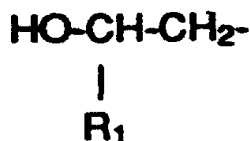
8. 权利要求 2 的组合物,其中,含羧酸基的多酯占聚酯树脂重量的约 1—10wt%。

9. 权利要求 1 的组合物,其中  $\beta$ -羟烷基酰胺具有下面的结

构式



其中,  $R_1$  为  $H$  或  $C_{1-5}$  烷基;  $R_2$  为  $H$ ,  $C_{1-5}$  烷基或



其中  $R_1$  的意义同上,  $A$  为一个化学键、或单价的或多价的有机基团, 该基团衍生自饱和的、不饱和的或芳香的烃, 包括含 2—20 个碳原子的取代烃基,  $m$  等于 1—2,  $n$  等于 0—2,  $m+n$  至少为 2。

10. 权利要求 9 的组合物, 其中,  $\beta$ -羟烷基酰胺与羧酸的当量比为 0.6 : 1—6 : 1。

11. 一种具有改进的表现性质的热固性粉末涂料组合物, 包括一种含羧酸基的丙烯酸、一种  $\beta$ -羟烷基酰胺固化剂, 以及一种占丙烯酸树脂重量约 0.5—15wt% 的含单羧酸基物质。

12. 权利要求 11 的组合物, 其中, 单羧酸占丙烯酸树脂重量的约 1—10wt%。

13. 一种具有改进的表现性质的热固性粉末涂料组合物, 包括

一种含羧酸基的多酯、一种环氧官能交联固化剂,以及一种占多酯重量约 1—10wt% 的含单羧酸基物质。

单羧酸粉末涂料固化体系

本发明涉及热固性粉末涂料组合物,更确切地说,涉及具有改进的光学性能例如改进光泽,减少皱皮以及提高DOI(可鉴影性)。本发明粉末涂料适宜于用作通常的工业涂料、机械和设备涂料,尤其是金属涂料如罐头、用具、汽车部件的涂料等。此外,粉末涂料组合物可用于胶片、纤维、油彩、天然漆、清漆、无缝地板、腻子 and 浸渍剂。

本领域已知,粉末涂料组合物在金属底物的涂敷方面是有用的。这种涂料组合物是极端需要的,因为它们的应用极大地减少了并可能消除液体涂料中的有机溶剂。当粉末涂料组合物通过加热而固化,少有(若存在的话)挥发性物质释放到环境中,相对于使用有机溶剂且当涂料加热固化时该溶剂挥发到大气中的液体涂料而言,本发明涂料就是非常有利的。

对外表耐久性而言,现有技术的粉末涂料组合物是由一种含羧酸基团的多酯或丙烯酸聚合物、一种含二羧酸基的材料和 $\beta$ -羟烷基酰胺固化剂配制的,这些粉末涂料组合物和固化体系据说是稳定的且具有好的物理物质。同样在本领域也已知,粉末涂料固化机理是

粉末涂料组合物的一个重要方面。相对于现有技术而言,本发明的固化体系提供了改进的光学性能,同时保持了其它所希望的物理性能。

本发明体系的固化机理源于一种含羧基多酯聚合物、一种  $\beta$ -羟烷基酰胺 固化剂和一种含单羧酸基物质,它改进了光学性质但对其它物理性质如 挠性、耐久性、耐溶剂和耐腐蚀性没有不利影响。

按照本发明,提供了一种热固性粉末涂料组合物,该组合物包含一种其  $T_g$  约为  $30-85^{\circ}\text{C}$ 、酸值约为  $20-80$  的含羧酸基团的多酯、一种  $\beta$ -羟烷基酰胺 固化剂和一种单羧酸以改善外观和耐候性。

该组合物亦可含一种环氧官能固化剂如异氰尿酸三缩水甘油酯 (TGIC) 或 TGIC 与羟烷基酰胺 固化剂的混合物。本发明的粉末涂料固化组合物具有改进的光学性质如光泽、皱皮以及 DOI,同时保留了其它物理性能如储存稳定性(即,当暴露于热时不结块),挠性、硬度、耐溶剂性和耐腐蚀性,再加上其它好的物理性质如硬度、抗冲击性和耐化学品性,还有可重涂敷性。

该组合物还可包括一种酸官能的丙烯酸聚合物、一种环氧官能的或羟烷基酰胺的固化剂以及一种单官能羧酸,以便改善外观性能。

本发明的粉末涂料组合物包含一种多物料的密切混合物,但有三种是基本成分,即,一种含羧酸基团的多酯,一种选自脂族或芳香族单羧酸基团并包括了其混合物的第二羧基以及一种  $\beta$ -羟烷基酰胺 固化剂。加入单羧酸基团显著地改善了光学性质如光泽、皱皮和

DOI。

含羧酸基的聚酯之中可被选用的是来自于脂族多醇包括环脂多醇与脂族和/或芳香族多羧酸和酸酐的缩合反应的那些多酯。适用的脂族多醇例子包括1,2-乙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、环己烷二甲醇、三甲醇基丙烷等。适用的多羧酸和酐包括琥珀酸、己二酸、壬二酸、癸二酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、四氢化邻苯二甲酸、六氢化邻苯二甲酸、1,2,4-苯三酸,以及这些酸的酐。

使酸相对于醇过量,让多醇和酸或酸酐一起反应以形成一种具有自由羧基的多酯。最好是使含羧酸基团的多酯的酸值为约20—80,更好为约20—45,并在室温下为固态。多酯的进一步特征在于其 $T_g$ 为约30—85℃,最好为约40—75℃。

一种聚合物的 $T_g$ 是它的硬度和熔流性的一个测度。 $T_g$ 越高,涂层的熔流性越小且越硬。 $T_g$ 的描述见“*Principles of Polymer Chemistry* (1953), Cornell University Press。 $T_g$ 可实际测得或按 Fox 在 *Bull. Amer. Physics Soc.*, 1, 3, 123 页 (1956) 中所述计算。此处所采用的 $T_g$ 为实际测量值。为了测量一种聚合物的 $T_g$ ,可使用差示扫描量热法(DSC)(每分钟10℃的热速率,以第一个流动点为 $T_g$ )。

若多酯的 $T_g$ 低于30℃,则聚合物以及包含种聚合物的粉末涂料组合物变粘且难于操作处理。若 $T_g$ 高于85℃,则多酯的熔流性

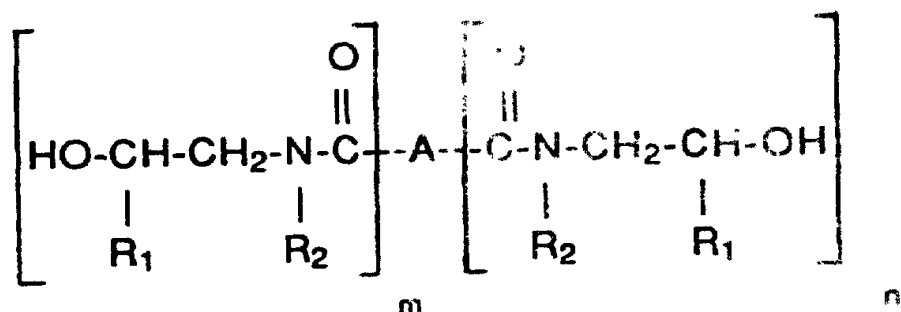
低,且涂层的表现差。

本发明的粉末涂料组合物的其它基本成分是 $\beta$ -羟烷基酰胺。该 $\beta$ -羟烷基酰胺是酸官能多酯的一种固化剂。该 $\beta$ -羟烷基酰胺可有助于得到一种交联的聚合物网络,后者是硬的、耐久的、耐腐蚀的且耐溶剂的。现认为 $\beta$ -羟烷基酰胺通过与含羧基多酯的酯化反应从而形成多个酯式键合来固化涂层。 $\beta$ -羟烷基酰胺的羟基官能度的平均值应至少为2,较好是大于2,更好为大于2直至4,以便得到最佳固化效果。

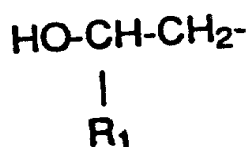
在含酸基的丙烯酸聚合物的制备中,各种单体一起混合并通过通常的自由基引发的聚合方法来反应。可用的自由基引发剂有过氧化苯甲酰、叔丁基过氧化氢、二叔丁基过氧化物,偶氮双(2-甲基丙腈)等。亦可采用链转移剂如巯基丙酸。聚合反应最好在溶液中进行,使用一种单体能溶于其中的溶剂如甲苯或二甲苯等。聚合完毕时,通过例如置于真空下以移去有机溶剂并回收固体聚合物,使反应混合物挥发脱去易挥发组分。此外,聚合物可被沉淀并随后干燥。通常,脱去挥发成分的聚合物将含有少于1wt%的、在涂层固化温度下挥发的物质。

含酸基聚合物还可作为一种乳液聚合、悬液聚合、本体聚合或它们的适当结合所制备的丙烯酸聚合物,这些方法如美国专利4,727,111所述,且在此申明并入本发明。这些技术是本领域所熟知的。

$\beta$ -羟烷基酰胺可用下式表示其结构:



其中,  $R_1$  是  $H$  或  $C_{1-5}$  烷基;  $R_2$  是  $H$ 、 $C_{1-5}$  烷基或



其中,  $R_1$  同上;  $A$  是一个键、单价或多价有机基团, 它衍生自饱和的、不饱和的或芳香的烃类, 包括含 2—20 个碳原子的取代烃基,  $m$  为 1 至 12 的一个数,  $n$  为 0 或 2,  $m+n$  至少为 2, 最好大于 2, 通常在 2 至并等于 4。最好  $A$  是一个亚烷基— $(\text{CH}_2)_x$ , 其中  $x$  为 2—12、最好 4—10 的一个数。

所说  $\beta$ -羟烷基酰胺可通过羧酸的低级烷基酯或酯混合物与一种  $\beta$ -羟烷基酰胺反应而制得, 反应温度在环境温度至约  $200^\circ\text{C}$  之间, 具体取决于选用的反应剂和是否存在催化剂。基于烷基酯的重量计, 适宜的催化剂用量为约 0.1—1wt%, 催化剂包括碱催化剂如甲醇钠、甲醇钾、丁醇钠、丁醇钾、氢氧化钠、氢氧化钾等。

为了使粉末涂料组合物产生最有效的固化,  $\beta$ -羟烷基酰胺(羟基当量)与含羧基多酯(羧酸当量)的当量比较好为约 0.6 : 1—6 : 1, 更好为 0.8 : 1—3 : 1。因为其固化较差, 比值处于 0.6 : 1—6 : 1

之外是不希望的。

粉末涂料组合物还可包括一种含单羧酸基物质，它选自脂族酸，包括硬脂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、苯氧乙酸、苯氧丙酸、巴豆酸、苯甲酸和扁桃酸；芳族酸包括苯甲酸、甲苯甲酸(邻、间和对)、乙酰水杨酸、水杨酸、甲氧苯甲酸(茴香酸)、异丙基苯甲酸，以及肉桂酸；环脂酸包括环己烷羧酸、环戊烷羧酸，以及糖酸；一酸价低聚物如封端的脂族二羧酸(例如己二酸或癸二酸的单甲酯)或封端的酸官能多酯；或低聚体的聚酯如聚(己内酯)或聚(己内酰胺)等。此外，可采用一种液态的单官能羧酸。该一酸价物质还可改进所得涂层的光学性能如光泽，皱皮和 DOI，并可提供附加的的挠性和/或抗冲击性。

粉末涂料组合物可进一步包括一种含羧酸基物质，它选自  $C_{4-20}$  脂族多羧酸、聚合的多酸酐、平均分子量为约 150—600 的低分子量多酯以及它们的混合物。

可采用的脂族多羧酸包括二羧酸如己二酸，辛二酸、壬二酸、癸二酸和十二烷双酸。最好该二羧酸含偶数个碳原子。

本涂料组合物还可含某些其它添加剂，这些添加剂通常掺入到粉末涂料组合物中，它们包括颜料、流动控制剂，抗爆裂剂、粉末流动添加剂以及光稳定剂。

为了给粉末涂料组合物提供稳定的颜色，涂料组合物中可包括一种颜料，以粉末涂料组合物总重量计，颜料通常含约 1—50wt%。可用于粉末涂料组合物的颜料可是有机的或无机的，且包

括铬酸铅硅(*lead silica chromate*)、二氧化钛、群青蓝、酞青绿、碳黑、黑色氧化铁、铬绿氧化物(*chromium green oxide*)、铁黄和奎托红(*quinto red*)。

适于用作流动控制剂的是丙烯酸聚合物或共聚物如聚丙烯酸月桂酯、聚丙烯酸丁酯、聚丙烯酸(2-乙基己基)酯、聚(丙烯酸乙酯-共-丙烯酸 2-乙基己酯)、聚甲基丙烯酸月桂酯、聚甲基丙酸异癸基酯等,还包括氟化的聚合物如聚乙二醇或聚丙二醇与氟化的脂肪酸形成的酯,例如分子量大于约 2500 的聚乙二醇与全氟辛酸的酯。分子量大于 1000 的聚硅氧烷也可用作流动控制剂,例如聚二甲基硅氧烷或聚(甲基苯基)硅氧烷。流动改进剂可用作加热粉末时降低表面张力,并用作消除弧坑。通常,当采用流动控制剂时,其用量为约 0.05—5wt% (以粉末涂料组合物的总重量计)。

抗爆裂剂可加入组合物中,以便在膜的烘干过程中使存有的挥发性成分从膜中逸出。苯偶姻是一种特别优选的脱气剂,当用它时,其用量以粉末涂料组合物的总重量计为约 0.5—3wt%。粉末涂料组合物还可最好含 UV 吸收剂如 *TINUVIN*<sup>(R)</sup>,它是市售品并为 *Ciba-Geigy* 公司的注册商标。当使用时, *TINUVIN*<sup>(R)</sup> 在组合物中通常含约 0.5—6wt% (以粉末涂料组合物的总重量计)。

此外,粉末涂料组合物可含有作为粉末流动添加剂的烟化二氧化硅(*fumed silica*)等,以便在储存时减少粉末成块。烟化二氧化硅的一个例子是 *Cabot* 公司销售的商标为 *CAB-O-SIL*<sup>(R)</sup> 的物质

。当使用粉末流动添加剂时，以粉末涂料组合物的总重量计，其通常用量为约 0.1—0.5wt%。粉末流动添加剂通常在制备颗粒混合物后加入到颗粒粉末涂料组合物中。

通过使涂料组合物的各成分熔融掺合而制备热固性粉末涂料组合物。它具体可如下完成：首先在一个高剪切或高强度干混机如 *Henschell* 混合机中掺合。然后在一个挤压机如 *Werner—Pfleiderer ZK—30* 双螺杆挤压机中，在约 80—130℃ 下熔融掺合混合物。挤出物然后冷却并粉化成粉末。粉末涂料组合物可直接涂敷到金属如钢或铝、玻璃、塑料、或纤维加强的塑料底物上。

粉末的施用可通过静电（电晕放电或摩擦生电）喷涂或采用流化床来进行。静电喷涂是优选的。粉末涂料组合物可涂敷一次或多次以便使固化后膜厚为约 0.5—5 密耳。有利的是，为了以合理的费用提供高质量的终成品，粉末涂层的厚度为约 1.2—4 密耳，最好为约 1.4—3 密耳。

待涂底物可根据需要在涂敷粉末之前进行预热，以促进更均匀的粉末沉积。涂敷粉末之后，涂有粉末的底物，通常可在约 300—400 F (149—204℃) 烘烤 5—60 分钟，最好约 20—40 分钟。

下列实施例表明多种羟烷基酰胺固化剂、羧酸官能的多酯聚合物、羧酸官能的丙烯酸聚合物的制备，它们经在本发明热固性粉末涂料组合物制备中使用的单羧酸处理。

这些实施例旨在详述本发明，而不是对权利要求书中更清楚地

限定的本发明保护范围或叙述内容有所限制。

#### 实施例 1: 粉末涂层(着白色)的制备

制备含有  $\beta$ -羟烷基酰胺交联剂, 含羧酸的多酯和多种含量的一种单官能羧酸的着色粉末涂料组合物。为了进行对比, 制备一个不含单官能羧酸的相似体系, 所有数值为总配方的百分值。

成分	样品					
	A	B	C	D	E	F
含羧基的聚合物 <sup>1</sup>	55.81	55.94	54.95	53.48	52.04	49.90
羟烷基酰胺	2.94	3.03	3.20	3.42	3.59	3.86
Modaflow III <sup>2</sup>	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75	0.75
硬脂酸	-	0.28	1.10	2.15	3.12	4.99
苯偶姻	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
二氧化钛	40.00	39.49	39.50	39.50	40.00	40.00

注：1. 酸值为约 34 的一种多酯，市售的 *Grilesta V766-12*，从 *EMS-American Grilon* 公司买到。2. *Modaflow III* 是一种在二氧化硅载体上的丙烯酸共聚物，可从 *Monsawto* 公司买到。各配方成分在 *Henschel* 高强度混合机中以 180rpm 预混 1 分钟，随后在一个 *Werner and Pfleiderer ZSK-30* 挤压机中 110℃ 下挤出。然后对挤出物进行冷却、破碎、在一个 *Micropul* 锤磨中磨碎，经 140 目筛网分筛，并用一种 *Volstatic* 枪静电喷涂到 *Bonderite 1000* 底物上。在一鼓风炉 (*forced-air oven*) 中 180℃ 下固化粉末涂层 20 分钟。这些涂层的机械和光学性质列于表 1 中。

表 1

样品	%酸 <sup>1</sup>	光泽 20/60	DOI <sup>2</sup>	皱皮 <sup>3</sup>	冲击 反面/正面	T- 弯头	铅笔硬度
A	0	75/90	40	4	>160/>160	T-O	H
B	0.5	80/93	40	4-5	>160/>160	T-O	H
C	2	80/94	45	6	>160/>160	T-O	H
D	4	82/96	60	6	>160/>160	T-O	H
E	6	88/98	65	7	>160/>160	T-O	H
F	10	84/100	70	8-9	>160/>160	T-O	H

注: <sup>1</sup> 基于聚酯树脂的百分酸含量。

<sup>2</sup> DOI标度为0-100, 100为最好。

<sup>3</sup> 皱皮标度为0-10, 10为最好。

## 实施例 2:粉末涂层(着白色)的制备

一种着色的粉末涂料组合物有异氰尿酸三缩水甘油酯交联剂,一种含羧酸的多酯和多种含量的一种单官能羧酸。为了进行对比,制备了一个不含该单官能羧酸的类似体系。所有数据均为占总配方的百分值。

成 分	样 品		
	A	B	C
含羧酸基的多酯 <sup>1</sup>	55.8	53.93	52.61
异氰尿酸三缩水甘油酯 <sup>2</sup>	4.20	4.24	4.55
Modaflow III <sup>3</sup>	0.75	0.75	0.75
硬脂酸	-	1.08	2.10
苯偶姻	0.50	0.50	0.50
二氧化钛	40.00	39.50	39.49

注：<sup>1</sup> 一种酸值约为34的多酯，名为Grilesta P7307-3的市售品，可从EMS-American Grilon公司买到。

<sup>2</sup> 名为Araldite PT-870的Giba-Geigy公司市售品。

<sup>3</sup> Modaflow III 为载在二氧化硅载体上的一种丙烯酸共聚物，可从Monsanto公司得到。

这些配方成分在一个 *Henschel* 高强度混合机中，在 1800rpm 下预混 1 分钟，随后在 *Werner and Pfleiderer ZSK-30* 挤压机中 110℃ 下挤出。挤出物然后冷却、破碎，在 *Micropul* 锤磨中研磨，经过 140 目筛子分筛，并用 *Volstatic* 枪静电喷涂在 *Bonderite 1000* 底物上。在一鼓风炉中 180℃ 下固化粉末涂层 20 分钟。这些涂层的机械和光学性质列于表 2。

表 2

样品	%酸 <sup>1</sup>	光泽 20/60	DOI <sup>2</sup>	皱皮 <sup>3</sup>	冲击 反面/正面	T- 弯头	铅笔硬度
A	0	75/91	40	4	>160/>160	T-O	H
B	2	82/93	60	4-5	>160/>160	T-O	H
C	4	83/97	60-70	7	>160/>160	T-O	H

注: <sup>1</sup> 基于聚酯树脂的百分酸量。

<sup>2</sup> DOI 标度为 0-100, 100 为最好。

<sup>3</sup> 皱皮标度为 0-10, 10 为最好。

### 实施例 3: 粉末涂层(着蓝色)的制备

一种着色的粉末涂料组合物含一种  $\beta$ -羟烷基酰胺交联剂, 一种含羧酸基的多酯和一种单官能的羧酸。为进行对比, 制备了一个不含单官能羧酸的类似体系。所有数值皆为占总配方的百分值。

成 分	样 品	
	A	B
含羧酸基的多酯 <sup>1</sup>	85.6	82.65
异氰尿酸三缩水甘油酯	4.7	5.17
Modaflow III <sup>2</sup>	1.0	1.0
硬脂酸	-	2.48
苯偶姻	0.7	0.7
二氧化钛	5.69	5.69
BT - 417 <sup>3</sup>	2.31	2.31

注：<sup>1</sup> 酸值为约 3.4 的一种多酯，可从 EMS—American Grilon 公司买到，品名为 Grilesta V76-2。

<sup>2</sup> Modaflow 为载在二氧化硅载体上的一种丙烯酸共聚物，可从 Monsanto 公司买到。

<sup>3</sup> BT - 417 为一种酞菁蓝颜料，以前从 Dupont 公司得到。

各配方成分在—*Henschel* 高强度混合器中 1800rpm 下预混 1 分钟,随后在 *Werner and Pfleiderer ZSK-30* 挤压机中 110℃ 下挤出。挤出物然后冷却破碎,在 *Micropul* 锤磨中磨碎,经过 140 目筛子分筛,并用—*Volstatic* 枪静电喷涂到 *Bonderite1000* 底物上。在一个鼓风机中 180℃ 下固化粉末涂层 20 分钟。这些涂层的机械和光学性质列于表 3。

表 3

样品	%酸 <sup>1</sup>	光泽 20/60	DOI <sup>2</sup>	皱皮 <sup>3</sup>	冲击 反面/正面
A	0	91/98	50	7	>160/ >160
B	3	98/99	60	7-8	>160/ >160

注: <sup>1</sup> 基于聚酯树脂的百分数量。

<sup>2</sup> DOI标度为0-100, 100为最好。

<sup>3</sup> 皱皮标度为0-10, 10为最好。

#### 实施例 4: 粉末涂层(着白色)的制备

一种着色的粉末涂料组合物含一种  $\beta$ -羟烷基酰胺交联剂, 一种含羧酸的多酯和多种含量的苯甲酸以用作单官能酸添加剂。为进行对比, 制备了不含单官能羧酸的类似体系。所有数据值为总配方的百分值。

各配方成分在一个 *Henschel* 高强度混合机中、1800rpm 下预混 1 分钟, 随后在一个 *Werner and Pfleiderer ZSK-30* 挤压机中 110°C 下挤出。挤出物然后冷却, 破碎, 在一个 *Micropul* 锤磨中磨碎, 经过 140 目筛子分筛, 并用 *-Volstatic* 枪静电喷涂到 *Bonderite1000* 底物上。在一个鼓风机中 180°C 下固化粉末涂层 20 分钟。这些涂层的机械和光学性质列于表 4。

成分	样品			
	A	B	C	D
含羧基的多酯 <sup>1</sup>	56.28	55.84	54.56	52.87
羟烷基酰胺	2.97	3.13	3.60	4.20
Modaflow III <sup>2</sup>	0.75	0.75	0.75	0.75
苯甲酸	—	0.28	1.09	2.18
苯偶姻	0.50	0.50	0.50	0.50
二氧化钛	39.5	39.5	39.5	39.5

注：<sup>1</sup> 酸值为约34的多酯，为可从EMSS-American Grillon公司买到的  
Griesta V76-12。

<sup>2</sup> Modaflow III 是载在二氧化硅载体上的一种丙烯酸共聚物，可从  
Monsanto公司买到。

表 4

样品	% 酸 <sup>1</sup>	光泽 20/60	DOI <sup>2</sup>	皱皮 <sup>3</sup>	冲击 反面/正面	T- 弯头	铅笔硬度
A	0	75/92	40	4	>160/>160	T-O	H
B	0.5	74/92	35	5-6	>160/>160	T-O	H
C	2	87/91	55	5	>160/>160	T-O	H
D	4	87/93	50	6	>160/>160	T-O	H

注：<sup>1</sup> 基于聚酯树脂的百分酸量。

<sup>2</sup> DOI标度为0-100，100为最好。

<sup>3</sup> 皱皮标度为0-10，10为最好。

### 实施例 5: 丙烯酸粉末涂层的制备

一种着色的粉末涂料组合物含一种  $\beta$ -羟烷基酰胺交联剂、一种含羧酸的丙烯酸聚合物和 4% (基于丙烯酸树脂计) 的硬脂酸以作为单官能酸添加剂。为进行对比, 制备了不含单官能羧酸的类似体系。所有数值均为占总配方的百分数。

成分	样品	
	A	B
含羧基的丙烯酸树脂 <sup>1</sup>	56.42	53.45
羟烷基酰胺	3.22	3.64
Modaflow III <sup>2</sup>	—	0.76
Resiflow P-67 <sup>3</sup>	0.60	—
硬脂酸	—	2.14
苯偶姻	—	0.49
二氧化钛	39.76	39.50

注:

1. 一种名为 *SCX-815B* 的丙烯酸树脂, 可从 *S. C. Johnson* 公司买到。

2. *Modaflow* 是一种载于二氧化硅载体上的丙烯酸共聚物, 可从 *Monsanto* 公司买到。

3. *Resiflow P-67* 是一种丙烯酸流动助剂, 可从 *Estron Chemical* 买到。

各配方成分在一个 *Henschel* 高强度混合机中、1800rpm 下预混 1 分钟, 随后在一个 *Werner and Pfleiderer ZSK-30* 挤压机中 110°C 下挤出。挤出物然后冷却, 破碎, 在一个 *Micropul* 锤磨中磨碎, 经过 140 目筛子分筛, 并用 *Volstatic* 枪静电喷涂到 *Bonderite1000* 底物上。在一个鼓风炉中 180°C 下固化粉末涂层 20 分钟。这些涂层的机械和光学性质列于表 5。

表 5

样品	%酸 <sup>1</sup>	光泽 20/60	DOI <sup>2</sup>
A	0	63/85	40
B	4	92/110	30

注：1. 基于丙烯酸树脂的百分酸量。

2. DOI标度为0-100, 100为最好。

### 实施例 6: QUV-8 耐风蚀性

涂有实施例 3 的粉末涂料组合物的 *Bonderite*1000 板条置于装备有“B”一球(313nm 最大直径)的 QUV 老化试验机中。老化试验机循环为在 65℃ 下光照 8 小时, 40℃ 下冷凝 4 小时。在光照循环中一直插入其中并读出 20 和 60℃ 光泽, 对于一个给定的光泽水平而以时间(小时)表征的光泽保留值是作为时间的函数从光泽测量值来计算的。这些数据列于表 6 中。

表 6

样 品	在306小时 的保留值%	至60%保留值 时的小时数	至50%光 泽的小时数	在306小时 的保留值%	至80%保留 值的小时数	至70%光泽 的小时数
A	30	245	257	66	272	290
B	47	274	295	73	285	312

## 试验过程

(1) 用一个 *Gardner* 冲击试验机测量耐冲击强度。

涂敷后的板条上施加渐增的冲击量直到涂层裂开。板条的涂敷层一侧经受冲击,即正面冲击,也可在板条上涂层的反面经受冲击,即反面冲击,其结果以英寸一磅记录。

(2) T-弯头试验包括了使涂层板条(1 1/2"×12")弯曲180°,使涂层板条自身交迭,并检查在弯曲中裂开分层情况。

(3) 尝试在涂层上刻划一个标记,第一支能在涂层上刻划成标记的铅笔的硬度记作膜的铅笔硬度。

(4) 20°C和60°C光泽用 *Gardner* 仪器公司生产的光泽计测量。

(5) 皱皮是在固化的板条上目测判断的,并按实际表面粗糙程度划分。

(6) 通过采用一种反射半圆影像的设备或改变影像在板条表面的大小来测定影像的可鉴性。在板条上影像清楚可见时的大小确定了记录的 DOI 值。

虽本发明参照上述具体实施例进行了详细描述,但并不意味着限制本发明的范围,后面的权利要求才是对本发明范围的限定。