



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년07월15일

(11) 등록번호 10-2134496

(24) 등록일자 2020년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09D 7/40 (2018.01) C09D 5/00 (2006.01)
C09D 7/00 (2018.01)

(52) CPC특허분류
C09D 7/40 (2018.01)
C09D 5/00 (2019.08)

(21) 출원번호 10-2015-7016181

(22) 출원일자(국제) 2013년11월20일

심사청구일자 2018년11월07일

(85) 번역문제출일자 2015년06월17일

(65) 공개번호 10-2015-0087344

(43) 공개일자 2015년07월29일

(86) 국제출원번호 PCT/US2013/071018

(87) 국제공개번호 WO 2014/081838

국제공개일자 2014년05월30일

(30) 우선권주장

61/728,976 2012년11월21일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020120042857 A*

WO2012133752 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

다우 글로벌 테크놀로지스 엘엘씨

미국 미시건 (우편번호 48674) 미드랜드 에이취.
에이취. 다우 웨이 2211

룸 앤드 하스 캄파니

미국 펜실베이니아 19426 칼리지빌 아폴라 로드 400

(72) 발명자

월버 제프리

미국 48640 미시간주 미들랜드 쇼어프론트 서클
709

메카 조디 엠

미국 48642 미시간주 미들랜드 마운트 버넌 코트
3211

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 류현경, 김영

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 방성철

(54) 발명의 명칭 코팅 조성물

(57) 요약

본 개시내용의 실시양태는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 50 내지 85 퍼센트의 수성 분산액; 제1 알콜 및 제2 알콜을 포함하며, 여기서 제1 알콜 및 제2 알콜의 각각의 알킬쇄는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖되, 단 제1 알콜과 제2 알콜 중 어떤 것도 프로필렌 글리콜이 아닌, 안정화 용매 조성물; 염기성 수 조성물; 및 가교제를 포함하는 코팅 조성물에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C09D 7/20 (2018.01)

(72) 발명자

탕 호우시앙

미국 48642 미시간주 미들랜드 셔우드 서클 6109

메틀라 드하라쿠마르

미국 18914 펜실베이니아주 찰프론트 스테트슨 드
라이브 170

린덴무스 데니스

미국 19002 펜실베이니아주 앰블러 서스퀘해나 649

말로트키 데이비드 엘

미국 48640 미시간주 미들랜드 윈터그린 드라이브
3805

카인츠 베른하르트

독일 77886 라우프 제르티크니스트라쎄 18

명세서

청구범위

청구항 1

(a) 하나 이상의 폴리올레핀을 포함하는 베이스 중합체와 (b) 중합체성 안정화제와 (c) 상용화제의 용융 블렌딩 생성물을 포함하고, 수성 분산액의 총 중량을 기준으로 15 중량 퍼센트 내지 70 중량 퍼센트의 고체 함유물을 가지며, 여기서 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 50 내지 85 중량 퍼센트의 베이스 중합체, 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 10 내지 35 중량 퍼센트의 안정화제, 및 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 2 내지 15 중량 퍼센트의 상용화제를 포함하는 것인, 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 50 내지 85 퍼센트의 수성 분산액;

제1 알콜 및 제2 알콜을 포함하며, 여기서 제1 알콜 및 제2 알콜의 각각의 알킬쇄는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖되, 단 제1 알콜과 제2 알콜 중 어떤 것도 프로필렌 글리콜이 아니고, 제1 알콜 및 제2 알콜은 각각 안정화 용매 조성물의 총 중량을 기준으로 안정화 용매 조성물의 20 중량 퍼센트 내지 80 중량 퍼센트인, 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 3 중량 퍼센트 내지 20 중량 퍼센트인 안정화 용매 조성물;

염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 90 내지 99.99 중량 퍼센트의 물 및 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 중량 퍼센트 내지 10 중량 퍼센트의 염기를 포함하고, 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 10 중량 퍼센트 내지 25 중량 퍼센트인 염기성 수 조성물; 및

코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 중량 퍼센트 내지 40 중량 퍼센트인 가교제를 포함하는, 코팅 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 제1 알콜이 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에탄올 및 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 코팅 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, 제2 알콜이 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에탄올 및 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 코팅 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서, 하나 이상의 폴리올레핀이 폴리프로필렌을 포함하는 것인 코팅 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 윤활제를 포함하며, 여기서 윤활제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 중량 퍼센트 내지 7 중량 퍼센트인 코팅 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서, 가교제가 히드록실알킬 아미드를 포함하는 것인 코팅 조성물.

청구항 7

제1항에 있어서, 안정화제가 에틸렌-아크릴산 공중합체, 에틸렌-메타크릴산 공중합체 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 코팅 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상용화제가 프로필렌-말레산 무수물 그래프트 공중합체를 포함하는 것인 코팅 조성물.

청구항 9

기재 및 상기 기재 상의 경화된 코팅을 포함하며, 여기서 경화된 코팅은 제1항 내지 제7항 중 어느 한 항의 코팅 조성물의 경화에 의해 형성된 것인, 코팅된 물품.

청구항 10

제9항에 있어서, 경화된 코팅이 0.01 마이크로미터 내지 2 밀리미터 범위의 두께를 갖고, 기재가 금속 기재인 코팅된 물품.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시내용의 실시양태는 코팅 조성물에 관한 것이고, 보다 구체적으로는, 실시양태는 안정화 용매 조성물을 포함하는 코팅 조성물이다.

배경 기술

[0002] 코팅 조성물은 기재에 도포되고 경화되어, 예를 들어 가교되어, 기재 상에 코팅을 제공할 수 있다. 상이한 코팅을 제공하는 데 이용되는 다양한 코팅 조성물이 존재한다. 코팅은, 특히, 기재를 보호하고, 장식용 코팅과 같은 후속 도포물을 위한 베이스를 제공하고, 취급을 개선하는 것을 돕도록 마찰을 저감시키고, 코팅된 기재로부터 형성된 용기 내에 저장된 함유물을 보호하는 데 이용될 수 있다.

[0003] 몇몇 기재, 예를 들어 금속 기재는, 용기, 예컨대 식품 및/또는 음료 용기로 형성될 수 있다. 코팅 조성물은 기재 및/또는 이들 용기의 내부 및/또는 외부에 도포될 수 있다.

발명의 내용

[0004] 본 개시내용은 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 50 내지 85 퍼센트의 수성 분산액; 제1 알콜 및 제2 알콜을 포함하고, 여기서 제1 알콜 및 제2 알콜의 각각의 알킬쇄는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖되, 단 제1 알콜과 제2 알콜 중 어떤 것도 프로필렌 글리콜이 아닌, 안정화 용매 조성물; 염기성 수 조성물; 및 가교제를 포함하는 코팅 조성물을 제공한다.

[0005] 본 개시내용은 기재 및 상기 기재 상의 코팅을 포함하며, 여기서 코팅은 코팅 조성물을 포함하는 것인, 코팅된 물품을 제공한다.

[0006] 본 개시내용은 기재 및 상기 기재 상의 경화된 코팅을 포함하며, 여기서 경화된 코팅은 코팅 조성물의 경화에 의해 형성된 것인, 코팅된 물품을 제공한다.

[0007] 본 개시내용의 상기 요약은 본 개시내용의 각각의 개시된 실시양태 또는 모든 구현양태를 기술하도록 의도된 것은 아니다. 하기 설명에서는 보다 특히는 예시적인 실시양태가 예시되어 있다. 출원 전체에 걸쳐 여러 군데에서, 다양한 조합으로 사용될 수 있는 예들의 목록을 통해 지침이 제공된다. 각각의 경우에, 상술된 목록은 단지 대표적인 군으로서의 역할을 할 뿐이며 유일한 목록으로서 해석되어서는 안 된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0008] 코팅 조성물이 본원에 기술된다. 이들 코팅 조성물은 수성 분산액 및 안정화 용매 조성물을 포함할 수 있다. 수성 분산액을 포함하는 다른 조성물, 예를 들어 음료 최종 캔 코팅에 사용되는 몇몇 조성물에서는 용매가 이용된다. 용매는 이들 조성물에서 또한 이용되는 유효제와의 상용성을 제공하고/하거나 이들 조성물의 경화에 영향

을 주는 데 이용될 수 있다. 이들 용매를 사용하면 불안정한 조성물이 초래될 수 있다. 불안정한 조성물은 시간 경과에 따른 점도 증가 및/또는 눈에 띄는 상 분리에 의해 확인될 수 있다. 놀랍게도, 안정화 용매 조성물을 포함하는, 본원에 개시된 코팅 조성물은 안정한 코팅 조성물이라는 것이 밝혀졌다. 또한, 본원에 개시된 코팅 조성물은 연속적인 경화된 코팅, 예를 들어 부풀지 않은 경화된 코팅을 제공할 수 있다. 몇몇 코팅 용도에서 바람직하지 않은 부풀음은 경화된 코팅의 뚜렷한 구멍 및/또는 기재의 노출된 부분에 의해 확인될 수 있다. 부풀지 않은 경화된 코팅은 연속적인 경화된 코팅에 의해 확인될 수 있지만, 약간의 표면 거칠음 및/또는 변색은 있을 수 있다. 더욱이, 본원에 개시된 코팅 조성물의 경화에 의해 형성된 경화된 코팅은, ASTM-D 3359, 방법 B에 의해 결정된 접착 등급 및/또는 웨지 벤드(wedge bend) 충격 시험에 의해 결정된 퍼센트 파손과 같은 특성을 갖고, 예를 들어 상기 특성은 이들 경화된 코팅이 코팅 용도와 같은 몇몇 용도에서 유용하도록 하는 데에 도움이 된다. 본원에 개시된 코팅 조성물은, 기재 및 상기 기재 상의 코팅을 갖는 물품을 포함하는, 많은 코팅 용도에서 유용하다. 예를 들어, 본원에 개시된 코팅 조성물은 식품 및/또는 음료 용기, 예를 들어 캔뿐만 아니라 비-식품 용기와 같은 기재에 도포될 수 있다.

[0009] 본 개시내용의 실시양태는 (a) 하나 이상의 폴리올레핀을 포함하는 베이스 중합체와 (b) 안정화제와 (c) 상용화제의 용융 블렌딩 생성물을 포함하는 수성 분산액을 포함하는 코팅 조성물을 제공한다.

[0010] 언급된 바와 같이, 본 개시내용의 실시양태에서 수성 분산액은 (a) 하나 이상의 폴리올레핀을 포함하는 베이스 중합체를 포함할 수 있다. 폴리올레핀의 예는, 전형적으로 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리-1-부텐, 폴리-3-메틸-1-부텐, 폴리-3-메틸-1-펜텐, 폴리-4-메틸-1-펜텐, 에틸렌-프로필렌 공중합체, 에틸렌-1-부텐 공중합체, 및 프로필렌-1-부텐 공중합체에 의해 대표되는 바와 같은, 하나 이상의 알파-올레핀, 예컨대 에틸렌, 프로필렌, 1-부텐, 3-메틸-1-부텐, 4-메틸-1-펜텐, 3-메틸-1-펜텐, 1-헵텐, 1-헥센, 1-옥텐, 1-데켄, 및 1-도데켄의 단독중합체 및 공중합체 (엘라스토머를 포함함); 에틸렌-부타디엔 공중합체 및 에틸렌-에틸리덴 노르보르넨 공중합체에 의해 대표될 수 있는 바와 같은, 알파-올레핀과 공액 또는 비-공액 디엔의 공중합체 (엘라스토머를 포함함); 및 에틸렌-프로필렌-부타디엔 공중합체, 에틸렌-프로필렌-디실클로펜타디엔 공중합체, 에틸렌-프로필렌-1,5-헥사디엔 공중합체, 및 에틸렌-프로필렌-에틸리덴 노르보르넨 공중합체에 의해 대표될 수 있는 바와 같은, 폴리올레핀 (엘라스토머를 포함함), 예컨대 둘 이상의 알파-올레핀과 공액 또는 비-공액 디엔의 공중합체; 에틸렌-비닐 화합물 공중합체, 예컨대 에틸렌-비닐 아세테이트 공중합체, 에틸렌-비닐 알콜 공중합체, 에틸렌-비닐 클로라이드 공중합체, 에틸렌 아크릴산 또는 에틸렌-(메트)아크릴산 공중합체, 및 에틸렌-(메트)아크릴레이트 공중합체를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0011] 본 개시내용의 많은 실시양태에 따라, 폴리올레핀 중 하나 이상은 관능화된 폴리올레핀, 예컨대 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌 단독중합체 또는 공중합체일 수 있고, 여기서 상기 중합체는 히드록실, 아민, 알데히드, 에폭시드, 에폭실레이트, 카르복실산, 에스테르, 무수물 기 또는 그의 조합에 의해 개질된다. 이들 관능화된 폴리올레핀, 예컨대 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌 단독중합체 또는 공중합체 중 몇몇은, 예를 들어 베이커 휴즈 인크.(Baker Hughes, Inc.)의 자회사인 베이커 페트롤라이트(Baker Petrolite)로부터 입수가능하다.

[0012] 폴리올레핀은 다양한 용도를 위해 상이한 분자량을 가질 수 있다. 예를 들어, 폴리올레핀은 800 그램/몰 초과; 예를 들어, 5,000 그램/몰 초과; 또는 대안적으로 50,000 그램/몰 초과와 분자량을 가질 수 있다. 폴리올레핀은 다양한 용도를 위해 상이한 결정질 용점을 가질 수 있다. 예를 들어, 폴리올레핀은 60°C 초과; 95°C 초과; 100°C 초과; 120°C 초과; 130°C 초과와 결정질 용점을 가질 수 있다.

[0013] 본 개시내용의 많은 실시양태에 따라, 폴리올레핀은 프로필렌-알파 올레핀 공중합체, 예를 들어 프로필렌-에틸렌 또는 프로필렌-에틸렌-부텐 공중합체 또는 혼성중합체일 수 있다. 폴리올레핀은 실질적 이소택틱 프로필렌 시퀀스를 가짐을 특징으로 하는 프로필렌/알파-올레핀 공중합체일 수 있다. "실질적 이소택틱 프로필렌 시퀀스"는 시퀀스가 약 0.85 초과; 대안적으로, 약 0.90 초과; 또 다른 대안적으로, 약 0.92 초과; 및 또 다른 대안적으로, 약 0.93 초과와, ¹³C NMR에 의해 측정된 이소택틱 트리어드 (mm)를 갖는다는 것을 의미한다. 이소택틱 트리어드는 관련 기술분야에 충분히 공지되어 있고, 예를 들어 미국 특허 제5,504,172호 및 국제공개 제WO 00/01745호에 기술되어 있으며, 여기에서는 ¹³C NMR 스펙트럼에 의해 결정된 공중합체 분자쇄 내의 트리어드 단위에 대해 이소택틱 시퀀스가 언급되어 있다.

[0014] 폴리올레핀, 예를 들어 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는 1 중량 퍼센트 이상 (2 주울/그램 이상의 용해열) 내지 30 중량 퍼센트 (50 주울/그램 미만의 용해열) 범위의 결정화도를 가질 수 있다. 1 중량 퍼센트 (2 주울/그램 이상의 용해열) 내지 30 중량 퍼센트 (50 주울/그램 미만의 용해열)로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 결정화도는 1 중량 퍼센트 (2 주울/그램 이상의 용해열), 2.5

중량 퍼센트 (4 주올/그램 이상의 용해열), 또는 3 중량 퍼센트 (5 주올/그램 이상의 용해열)의 하한치 내지 30 중량 퍼센트 (50 주올/그램 미만의 용해열), 24 중량 퍼센트 (40 주올/그램 미만의 용해열), 15 중량 퍼센트 (24.8 주올/그램 미만의 용해열) 또는 7 중량 퍼센트 (11 주올/그램 미만의 용해열)의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 폴리올레핀은 1 중량 퍼센트 이상 (2 주올/그램 이상의 용해열) 내지 24 중량 퍼센트 (40 주올/그램 미만의 용해열) 범위의 결정화도를 가질 수 있고; 또는 대안적으로 폴리올레핀은 1 중량 퍼센트 이상 (2 주올/그램 이상의 용해열) 내지 15 중량 퍼센트 (24.8 주올/그램 미만의 용해열) 범위의 결정화도를 가질 수 있고; 또는 대안적으로 폴리올레핀은 1 중량 퍼센트 이상 (2 주올/그램 이상의 용해열) 내지 7 중량 퍼센트 (11 주올/그램 미만의 용해열) 범위의 결정화도를 가질 수 있고; 또는 대안적으로 폴리올레핀은 1 중량 퍼센트 이상 (2 주올/그램 이상의 용해열) 내지 5 중량 퍼센트 (8.3 주올/그램 미만의 용해열) 범위의 결정화도를 가질 수 있다. 결정화도는 시차 주사 열량 측정 (DSC) 방법을 통해 측정될 수 있다. 실시양태에서 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는 프로필렌으로부터 유래하는 단위 및 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 중합체성 단위를 포함할 수 있다. 프로필렌/알파-올레핀 공중합체를 제조하는 데 이용될 수 있는 공단량체의 예는 C₂, 및 C₄ 내지 C₁₀ 알파-올레핀; 예를 들어, C₂, C₄, C₆ 및 C₈ 알파-올레핀이다. 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 1 내지 40 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함할 수 있다. 1 내지 40 중량 퍼센트로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위의 중량 퍼센트는 1, 3, 4, 5, 7, 또는 9 중량 퍼센트의 하한치 내지 40, 35, 30, 27, 20, 15, 12, 또는 9 중량 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 1 내지 35 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함하고; 또는 대안적으로 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 1 내지 30 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함하고; 또는 대안적으로 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 3 내지 27 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함하고; 또는 대안적으로 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 3 내지 20 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함하고; 또는 대안적으로 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 3 내지 15 중량 퍼센트의, 하나 이상의 알파-올레핀 공단량체로부터 유래하는 단위를 포함한다.

[0015] 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 3.5 이하; 대안적으로 3.0 이하; 또는 또 다른 대안적으로 1.8 내지 3.0의, 중량 평균 분자량을 수 평균 분자량으로 나눈 것 (M_w/M_n)으로서 정의되는 분자량 분포 (MWD)를 가질 수 있다. 상기 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는 본원에 참조로 포함된 미국 특허 제6,960,635호 및 제6,525,157호에 상세하게 기술되어 있다. 상기 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는 더 다우 케미칼 캄파니(The Dow Chemical Company)로부터 상표명 베르시파이(VERSIFY)TM로서, 또는 엑손모빌 케미칼 캄파니(ExxonMobil Chemical Company)로부터 상표명 비스타막스(VISTAMAXX)TM로서 상업적으로 입수가능하다.

[0016] 본 개시내용의 많은 실시양태에서, 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는 (A) 60 중량 퍼센트 내지 100 중량 퍼센트 미만, 바람직하게는 80 내지 99 중량 퍼센트, 보다 바람직하게는 85 내지 99 중량 퍼센트의, 프로필렌으로부터 유래하는 단위, 및 (B) 0 초과 내지 40 중량 퍼센트, 바람직하게는 1 내지 20 중량 퍼센트, 보다 바람직하게는 4 내지 16 중량 퍼센트, 더욱 보다 바람직하게는 4 내지 15 중량 퍼센트의, 에틸렌 및/또는 C₄₋₁₀ α-올레핀 중 하나 이상으로부터 유래하는 단위를 포함하고; 탄소 총 1,000개당 장쇄 분지 평균 0.001개 이상, 바람직하게는 평균 0.005개 이상, 보다 바람직하게는 평균 0.01개 이상을 함유하는 것을 추가로 특징으로 하며, 여기서 용어 장쇄 분지는, 본원에 사용된 바와 같이, 단쇄 분지보다 탄소가 1개 이상 더 많은 쇠 길이를 지칭하며, 단쇄 분지는, 본원에 사용된 바와 같이, 공단량체 내의 탄소의 개수보다 탄소가 2개 더 적은 쇠 길이를 지칭한다. 예를 들어, 프로필렌/1-옥텐 혼성중합체는 탄소가 7개 이상인 길이를 갖는 장쇄 분지를 갖는 주쇄를 갖지만, 이들 주쇄는 또한 탄소가 단지 6개인 길이를 갖는 단쇄 분지를 갖는다. 많은 실시양태에서, 장쇄 분지의 최대 개수는 통상적으로 탄소 총 1,000개당 장쇄 분지 3개를 초과하지 않는다. 상기 프로필렌/알파-올레핀 공중합체는, 각각 본원에 참조로 포함된 미국 가출원 제60/988,999호 및 국제특허출원 제PCT/US08/082599호에 상세하게 기술되어 있다.

[0017] 본 개시내용의 실시양태에서, 수성 분산액은 (b) 안정화제를 포함할 수 있다. 안정화제는 안정한 분산액, 예를 들어 수성 분산액의 형성을 촉진하는 것을 도울 수 있다.

[0018] 실시양태에서 안정화제는 계면활성제, 중합체 또는 그의 조합을 포함한다. 예를 들어, 안정화제는 극성 중합체, 예를 들어 공단량체 또는 그래프트된 단량체로서 극성 기를 포함하는 것일 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 안정화제는 하나 이상의 극성 폴리올레핀, 예를 들어 공단량체 또는 그래프트된 단량체로서 극성 기를 갖는

것을 포함할 수 있다.

- [0019] 중합체성 안정화제의 예는 에틸렌-아크릴산 및 에틸렌-메타크릴산 공중합체, 예컨대 더 다우 케미칼 캄파니로부터 상업적으로 입수가 가능한 상표명 프리마코르(PRIMACOR)TM, 이.아이. 듀폰 드 네모아(E.I. DuPont de Nemours)로부터 상업적으로 입수가 가능한 뉴크렐(NUCREL)TM, 엑손모빌 케미칼 캄파니로부터 상업적으로 입수가 가능한 에스 코르(ESCOR)TM로서 입수가 가능한 것, 및 각각 전문이 본원에 참조로 포함된 미국 특허 제4,599,392호, 제 4,988,781호, 및 제5,938,437호에 기술된 것을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 중합체성 안정화제의 다른 예는 에틸렌 에틸 아크릴레이트 공중합체, 에틸렌 메틸 메타크릴레이트, 에틸렌 부틸 아크릴레이트 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 다른 에틸렌-카르복실산 공중합체가 또한 사용될 수 있다. 통상의 기술자라면 다른 많은 유용한 중합체를 또한 사용할 수 있다는 것을 알 것이다.
- [0020] 몇몇 실시양태에서, 안정화제는 관능화된 폴리올레핀, 예를 들어 히드록실, 아민, 알데히드, 에폭시드, 에톡실레이트, 카르복실산, 에스테르, 무수물 기 또는 그의 조합에 의해 개질된 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌 단독중합체 또는 공중합체를 포함할 수 있다. 관능화된 폴리올레핀, 예컨대 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌 단독중합체 및 공중합체 중 몇몇은, 예를 들어 베이커 휴즈 인크.의 자회사인 베이커 페트롤라이트로부터 입수가 가능하다.
- [0021] 몇몇 실시양태에서, 안정화제는 12 내지 60개의 탄소 원자를 갖는 장쇄 지방산, 지방산 염, 또는 지방산 알킬 에스테르를 포함할 수 있다. 다른 실시양태에서, 장쇄 지방산 또는 지방산 염은 12 내지 40개의 탄소 원자를 가질 수 있다.
- [0022] 언급된 바와 같이, 안정화제는 계면활성제를 포함할 수 있다. 계면활성제의 예는 양이온성 계면활성제, 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 음이온성 계면활성제의 예는 술포네이트, 카르복실레이트, 및 포스페이트를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 양이온성 계면활성제의 예는 4급 아민을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 비이온성 계면활성제의 예는 에틸렌 옥시드를 함유하는 블록 공중합체 및 실리콘 계면활성제를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0023] 안정화제는, 예를 들어 외부 계면활성제 및/또는 내부 계면활성제를 포함할 수 있다. 외부 계면활성제는 분산액의 제조 동안에 폴리올레핀 내로 화학적으로 반응하지 않는 계면활성제이다. 외부 계면활성제의 예는 도데실 벤젠 술포산의 염 및 라우릴 술포산 염을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 내부 계면활성제는 분산액의 제조 동안에 폴리올레핀 내로 화학적으로 반응하는 계면활성제이다.
- [0024] 상업적으로 입수가 가능한 계면활성제의 예는, 각각 알티디 홀스타(RTD Hallstar)로부터 입수가 가능한, OP-100 (스테아르산나트륨), OPK-1000 (스테아르산칼륨), 및 OPK-181 (올레산칼륨); 베이커 페트롤라이트로부터 입수가 가능한 유니시드(UNICID) 350; 각각 코그니스(Cognis)로부터 입수가 가능한, 디스포닐(DISPONIL) FES 77-IS 및 디스포닐 TA-430; 각각 로디아(Rhodia)로부터 입수가 가능한, 로다펙스(RHODAPEX) CO-436, 소프로포르(SOPROPHOR) 4D384, 3D-33, 및 796/P, 로다칼(RHODACAL) BX-78 및 LDS-22, 로다팍(RHODAFAC) RE-610, 및 RM-710, 및 수프라길(SUPRAGIL) MNS/90; 및 각각 미국 미시간주 미들랜드에 소재하는 더 다우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 트리톤(TRITON) QS-15, 트리톤 W-30, 다우팍스(DOWFAX) 2A1, 다우팍스 3B2, 다우팍스 8390, 다우팍스 C6L, 트리톤 X-200, 트리톤 XN-45S, 트리톤 H-55, 트리톤 GR-5M, 트리톤 BG-10, 및 트리톤 CG-110을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0025] 안정화제는 용액 또는 현탁 중합체, 예를 들어 아크릴산 및/또는 메타크릴산 및 그의 (C₁-C₃₀) 에스테르 또는 아미드; 아크릴아미드/메타크릴아미드 및 그의 N-치환된 유도체; 아크릴로니트릴; 스티렌 및 치환된 스티렌 유도체와 같은 에틸렌성 불포화 단량체의 중합체를 포함할 수 있다.
- [0026] 안정화제는 중합체성 안정화제를 포함할 수 있다. 중합체성 안정화제의 예는 친양쪽성 공중합체 조성물을 포함하나 이에 제한되는 것은 아니고, 상기 공중합체는 5 중량 퍼센트 내지 95 중량 퍼센트의 하나 이상의 친수성 단량체와 5 중량 퍼센트 내지 95 중량 퍼센트의 하나 이상의 공중합성 에틸렌성 불포화 소수성 단량체의 반응 생성물을 포함한다. 이들 물질은, 예를 들어 중화 시에, 물에 가용성 및/또는 유화성일 수 있고, 콜로이드성 안정화제로서 작용할 수 있다.
- [0027] 친양쪽성 공중합체 조성물의 제조에 유용한 비이온성 단량체의 예는 아크릴아미드, 메타크릴아미드, N,N-디메틸아크릴아미드, N,N-디에틸아크릴아미드, N-이소프로필아크릴아미드, N-비닐포름아미드, N-비닐메틸아세트아미드, N-비닐 피롤리돈, 히드록시에틸 메타크릴레이트, 히드록시에틸 아크릴아미드, 히드록시프로필 아크릴레이트, 히드록시프로필 메타크릴레이트, t-부틸아크릴아미드, N 메틸올아크릴아미드, 알킬(메트)아크릴레이트, 예컨대 메틸(메트)아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트 및 에틸아크릴레이트, 비닐 단량체, 예컨

대 에틸렌, 스티렌, 디비닐벤젠, 디-이소부틸에틸렌, 비닐 아세테이트 및 N-비닐 피롤리돈, 및 알릴 단량체, 예컨대 알릴 (메트)아크릴레이트를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0028] 친양쪽성 공중합체 조성물의 제조에 유용한 단량체의 예는 불포화 아미드 관능화된 단량체, 예컨대 아크릴아미드, 메타크릴아미드, N,N-디메틸아크릴아미드, N,N-디에틸아크릴아미드, N-이소프로필아크릴아미드, N-비닐포르미아미드, N-비닐메틸아세타미드, N-비닐피롤리돈, t-부틸아크릴아미드, 및 N-메틸올아크릴아미드; 4급 암모늄염을 함유하는 단량체, 예컨대 트리부틸암모늄 에틸(메트)아크릴레이트 클로라이드, 디알릴디메틸암모늄 클로라이드, 메틸아크릴아미도프로필트리메틸암모늄 클로라이드, 아크릴아미도프로필트리메틸암모늄 클로라이드, 폴리쿼터늄-11 및 폴리쿼터늄-4; 및 아민 관능화된 단량체, 예컨대 비닐이미다졸을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0029] 친양쪽성 공중합체 조성물의 제조에 유용한 "음이온성" 또는 "산-함유 단량체"는 카르복실산, 포스폰산, 포스핀산, 술폰산, 술폰산 기, 및 후속적으로 가수분해되는 무수물을 함유하는 에틸렌성 불포화 단량체를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 적합한 예는 (메트)아크릴산, 말레산, 푸마르산, 이타콘산, 비닐 포스폰산, 포스포에틸 (메트)아크릴레이트, 및 비닐술폰산을 포함한다.

[0030] 많은 실시양태에 따라, 안정화제 중 하나 이상은 수지, 예컨대 폴리에스테르, 에폭시 수지, 폴리아미드 수지를 기재로 할 수 있고, 이것은 아크릴성 수지 또는 아크릴성 단량체와 반응하여 폴리에스테르 아크릴레이트, 폴리아미드 아크릴레이트 에폭시 수지 아크릴레이트를 형성할 수 있다.

[0031] 안정화제의 제조에 유용한 폴리에스테르 수지를, 예를 들어 통상적인 에스테르화 촉매의 존재 하에서 승온에서 용매의 존재 또는 부재 하에서, 다가 산 분자당 2개 이상의 카르복실기를 함유하는 다가 산 (예를 들어 적어도 2가의 폴리카르복실산)을 다가 알콜 내에 2개 이상의 히드록실기를 함유하는 다가 알콜 (예를 들어, 적어도 2가의 알콜)과 반응시킴으로써, 통상의 기술자에게 충분히 공지된 통상적인 절차에 따라, 수득할 수 있다. 대안적으로, 폴리카르복실산 또는 폴리카르복실산의 무수물의 알킬 에스테르를 통상적인 에스테르화 촉매의 존재 하에서 승온에서 반응시킬 수 있다. 중합성 이중 결합을 함유하는 다가 산 및/또는 중합성 이중 결합을 함유하는 다가 알콜을 사용함으로써, 1개 이상의 중합성 이중 결합을 폴리에스테르 내로 포함시킬 수 있다.

[0032] 안정화제는 폴리에스테르 아크릴레이트를 포함할 수 있다. 폴리에스테르 아크릴레이트는 폴리에스테르의 존재 하에서 공중합성 에틸렌성 불포화 단량체의 계내(in-situ) 중합을 통해 형성될 수 있다. 그 예는 반응 유체의 존재 또는 부재 하에서의, 에틸렌성 불포화 일관능성 또는 다관능성 산, 에틸렌성 불포화 일관능성 또는 다관능성 산 에스테르, 아미드, 니트릴뿐만 아니라 비닐 단량체 및 비닐 에스테르와 폴리에스테르를 포함한다. 용매 중의 폴리에스테르 아크릴레이트는 통상의 기술자에게 공지된 적합한 방법에 따라 건조될 수 있다.

[0033] 안정화제는 에폭시 수지를 포함할 수 있다. 에폭시 수지를, 통상의 기술자에게 충분히 공지된 통상적인 절차에 따라, 예를 들어 폴리에폭시드를 적합한 폴리친핵체(polynucleophile)와 반응시킴으로써, 수득할 수 있다. 적합한 에폭시드는 글리시딜 에테르, 및 다른 에폭시 기 함유 분자를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 적합한 폴리친핵체는 다가 페놀, 및 폴리 페놀, 폴리티올, 지방족 폴리알콜 또는 다가 산 또는 폴리아민을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 에폭시의 예는, 통상적인 촉매의 존재 하에서 승온에서 용매의 존재 또는 부재 하에서의, 폴리글리시딜 에테르 분자당 2개 이상의 글리시딜 에테르기를 함유하는 글리시딜 에테르 (예를 들어 적어도 디글리시딜 에테르)와 다가 폴리페놀 내에 2개 이상의 히드록실기를 함유하는 다가 페놀 (예를 들어 적어도 2가의 페놀 또는 디페놀)을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 다른 에폭시 수지를, 통상의 기술자에게 충분히 공지된 통상적인 절차에 따라, 예를 들어 통상적인 촉매의 존재 하에서 승온에서 용매의 존재 또는 부재 하에서 폴리글리시딜 에테르 분자당 2개 이상의 글리시딜 에테르기를 함유하는 폴리글리시딜 에테르 (예를 들어 적어도 디글리시딜 에테르)를 다가 산 분자당 2개 이상의 카르복실기를 함유하는 다가 산 (예를 들어 적어도 2가의 폴리카르복실산)과 반응시킴으로써, 수득할 수 있다.

[0034] 안정화제는 에폭시 아크릴레이트를 포함할 수 있다. 에폭시 아크릴레이트는 에폭시 수지의 존재 하에서 공중합성 에틸렌성 불포화 단량체의 계내 중합을 통해 형성될 수 있다. 그 예는 반응 유체의 존재 또는 부재 하에서의, 에틸렌성 불포화 일관능성 또는 다관능성 산, 에틸렌성 불포화 일관능성 또는 다관능성 산 에스테르, 아미드, 니트릴뿐만 아니라 비닐 단량체 및 비닐 에스테르와 에폭시 수지를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 대안적으로, 중합체성 산 관능성 아크릴성 수지는 적합한 촉매의 존재 하에서 에폭시 수지와 반응하여 에폭시 아크릴레이트를 형성할 수 있다. 용매 중의 에폭시 아크릴레이트는 통상의 기술자에게 공지된 적합한 방법에 따라 건조될 수 있다.

- [0035] 본 개시내용의 실시양태에서 수성 분산액은 (c) 상용화제를 포함할 수 있다. 상용화제는 수성 분산액의 형성을 도울 수 있고, 예를 들어 보다 균일한 분산액을 제공하는 것 및/또는 경화된 코팅 조성물의 특성을 개선하는 것을 도울 수 있다. 상용화제는 커플링제라고 지칭될 수도 있다.
- [0036] 상용화제는 개질된, 예를 들어 관능화된 중합체, 및 임의로 반응성 극성 기를 갖는 저분자량 화합물을 포함할 수 있다. 상용화제의 예는 개질된 올레핀 중합체를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 개질된 올레핀 중합체는 그래프트 공중합체 및/또는 블록 공중합체, 예컨대 프로필렌-말레산 무수물 그래프트 공중합체를 포함할 수 있다. 중합체를 개질할 수 있는 기의 예는 산 무수물, 카르복실산, 카르복실산 유도체, 1급 및 2급 아민, 히드록실 화합물, 옥사졸린 및 에폭시드, 및 이온성 화합물, 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 중합체를 개질할 수 있는 기의 구체적인 예는 불포화 시클릭 무수물 및 그의 지방족 디에스테르, 및 이산 유도체를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 말레산 무수물 및 C₁-C₁₀ 선형 및 분지형 디알킬 말레에이트, C₁-C₁₀ 선형 및 분지형 디알킬 푸마레이트, 이타콘산 무수물, C₁-C₁₀ 선형 및 분지형 이타콘산 디알킬 에스테르, 말레산, 푸마르산, 이타콘산 및 그의 조합으로부터 선택된 화합물이다. 상용화제의 상업적으로 입수가 가능한 예는, 클라리안트 코퍼레이션(Clariant Corporation)으로부터 상표명 리코센(LICOCENE)®으로서 입수가 가능한 중합체, 예컨대 프로필렌-말레산 무수물 그래프트 공중합체인 리코센® 6452; 엑손모빌 케미칼 캄파니로부터의 엑셀로르(EXXELOR)™; 및 웨스트레이크 케미칼 캄파니(Westlake Chemical Company)로부터의 에폴렌(Epolene)을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0037] 수성 분산액은 유체 매체, 예를 들어 물을 포함한다. 수성 분산액은 수성 분산액의 총 중량을 기준으로 30 중량 퍼센트 내지 85 중량 퍼센트의 물을 포함할 수 있고; 예를 들어 수성 분산액은 수성 분산액의 총 중량을 기준으로 35 중량 퍼센트 내지 80 중량 퍼센트, 40 중량 퍼센트 내지 75 중량 퍼센트, 또는 45 중량 퍼센트 내지 70 중량 퍼센트의 물을 포함할 수 있다.
- [0038] 따라서, 수성 분산액은 수성 분산액의 총 중량을 기준으로 15 중량 퍼센트 내지 70 중량 퍼센트인 고체 함유물을 가질 수 있고; 예를 들어 수성 분산액은 수성 분산액의 총 중량을 기준으로 20 중량 퍼센트 내지 68 중량 퍼센트, 25 중량 퍼센트 내지 65 중량 퍼센트, 또는 30 중량 퍼센트 내지 60 중량 퍼센트인 고체 함유물을 가질 수 있다.
- [0039] 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 50 내지 85 중량 퍼센트의 베이스 중합체를 포함할 수 있고; 예를 들어 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 55 내지 80 중량 퍼센트, 또는 60 내지 80 중량 퍼센트의 베이스 중합체를 포함할 수 있다.
- [0040] 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 10 내지 35 중량 퍼센트의 안정화제를 포함할 수 있고; 예를 들어 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 12 내지 33 중량 퍼센트, 또는 15 내지 30 중량 퍼센트의 안정화제를 포함할 수 있다.
- [0041] 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 2 내지 15 중량 퍼센트의 상용화제를 포함할 수 있고; 예를 들어 수성 분산액의 고체 함유물은 고체 함유물의 총 중량을 기준으로 3 내지 13 중량 퍼센트, 또는 5 내지 10 중량 퍼센트의 상용화제를 포함할 수 있다.
- [0042] 수성 분산액은 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 50 내지 85 중량 퍼센트일 수 있고; 예를 들어 수성 분산액은 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 55 내지 80 중량 퍼센트, 또는 60 내지 75 중량 퍼센트일 수 있다.
- [0043] 본 개시내용의 많은 실시양태에 따라, 수성 분산액은, 예를 들어 수성 분산액이 8 내지 11 범위의 pH를 갖도록, 염기를 포함할 수 있다. 8 내지 11로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되고; 예를 들어, 수성 분산액은 8, 8.1, 8.2, 또는 8.3의 하한치 내지 11, 10.9, 10.8, 또는 10.7의 상한치의 pH를 가질 수 있다. 예를 들어, 수성 분산액은 8 내지 11, 8.1 내지 10.9, 8.2 내지 10.8, 또는 8.3 내지 10.7의 pH를 가질 수 있다. 염기의 예는 수산화물, 카르보네이트, 아민 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 수산화물의 예는 수산화암모늄, 수산화칼륨, 수산화리튬, 및 수산화나트륨을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 카르보네이트의 예는 탄산나트륨, 중탄산나트륨, 탄산칼륨, 및 탄산칼슘을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 아민의 예는 모노에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민, 암모니아, 모노메틸아민, 디메틸아민, 트리메틸아민, 2-아미노-2-메틸-1-프로판올, 트리아소프로판올아민, 디이소프로판올아민, N,N-디메틸에탄올아민, 모노-n-프로필아민, 디메틸-n 프로필아민, N-메탄올 아민, N-아미노에틸에탄올아민, N-메틸디에탄올아민, 모노이소프로판올아민, N,N-디메틸 프로판올아민, 2-아미노-2-메틸-

1-프로판올, 트리스(히드록시메틸)-아미노메탄, N,N,N',N'-테트라키스(2-히드록실프로필) 에틸렌디아민, 1,2-디아미노프로판, 2-아미노-2-히드록시메틸-1,3-프로판디올, N,N'-에틸렌비스[비스(2-히드록시프로필)아민] 톨루엔-p-술포네이트 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0044] 수성 분산액은 통상의 기술자가 알고 있는 다양한 공정에 의해 형성될 수 있다. 실시양태에서 하나 이상의 베이스 중합체, 하나 이상의 안정화제, 및 하나 이상의 상용화제는 압출기에서, 예를 들어 블루웨이브(BLUEWAVE)™ 공정을 통해 용융-혼련되어 용융 블렌딩 생성물을 형성한다. 물 및 중화제, 예를 들어 염기, 예컨대 암모니아, 수산화칼륨 또는 그의 조합이 수성 분산액, 예를 들어 수성 폴리올레핀 분산액을 형성하는 데 이용될 수 있다. 많은 실시양태에서, 수성 분산액은 우선 약 1 내지 약 3 중량%의 물을 함유하도록 희석되고, 이어서, 후속적으로, 약 25 중량% 초과를 물을 포함하도록 추가로 희석된다.

[0045] 관련 기술분야에 공지된 다양한 용융-혼련 공정이 사용될 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 혼련기, 뱅버리(BANBURY)® 혼합기, 일축 압출기, 또는 다축 압출기, 예를 들어 이축 압출기가 이용될 수 있다. 본 개시내용에 따른 수성 분산액을 제조하기 위한 공정은 별로 제한되지 않는다. 예를 들어, 압출기, 특정한 실시양태에서, 예를 들어 이축 압출기는, 배압 조절기, 용융 펌프, 또는 기어 펌프에 결합된다. 실시양태에서는 또한, 각각 펌프를 포함하는, 염기 저장기 및 초기 물 저장기가 제공된다. 원하는 양의 염기 및 초기 물은 각각 염기 저장기 및 초기 물 저장기로부터 제공될 수 있다. 다양한 적합한 펌프가 사용될 수 있지만, 몇몇 실시양태에서, 예를 들어 240 bar의 압력에서 약 150 cc/min의 유속을 제공하는 펌프가 염기 및 초기 물을 압출기에 제공하는 데 사용될 수 있다. 또 다른 실시양태에서, 액체 주입 펌프는 200 bar에서 300 cc/min 또는 133 bar에서 600 cc/min의 유속을 제공한다. 몇몇 실시양태에서, 염기 및 초기 물은 예열기에서 예열된다. 예를 들어, 많은 실시양태에서, 하나 이상의 베이스 중합체, 예를 들어 펠렛, 분말, 또는 박편 형태의 것이, 공급기로부터 압출기의 입구로 공급될 수 있고, 여기서 중합체는 용융된다. 몇몇 실시양태에서, 분산제가 수지를 통해 수지와 함께 하나 이상의 베이스 중합체에 첨가될 수 있고, 다른 실시양태에서는, 분산제는 별도로 압출기에 제공될 수 있다. 이어서 용융된 중합체는 혼합 및 이송 대역으로부터 압출기의 유화 대역으로 전달될 수 있고, 여기서 물 및 염기 저장기로부터의 초기 양의 물 및/또는 염기가 입구를 통해 첨가될 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 분산제는 추가로 또는 전적으로 물 스트림에 첨가될 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 추가의 희석수가 물 입구를 통해 물 저장기로부터 압출기의 희석 및 냉각 대역에 첨가될 수 있다. 수성 분산액은, 냉각 대역에서, 예를 들어 30 중량 퍼센트 이상의 물을 함유하도록 희석될 수 있다. 원하는 희석 수준이 달성될 때까지 추가의 희석이 여러 번 수행될 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 물은 이축 압출기에 첨가되지 않고, 용융물이 압출기를 빠져나온 후에, 용융물을 함유하는 스트림에 첨가된다. 이렇게, 압출기 내에 조성된 증기 압력은 제거되며 수성 분산액이 회전자 고정자 혼합기와 같은 보조 혼합 장치 내에서 형성된다.

[0046] 하나 이상의 실시양태에서, 수성 분산액의 제조 공정은 (1) 하나 이상의 베이스 중합체를 선택하는 단계; (2) 하나 이상의 안정화제를 선택하는 단계; (3) 하나 이상의 상용화제를 선택하는 단계; (4) 물을 포함하는 액체 매체를 선택하는 단계; (5) 임의로 하나 이상의 중화제를 선택하는 단계; (6) 물 및 임의로 하나 이상의 중화제의 존재 하에서 하나 이상의 베이스 중합체, 하나 이상의 안정화제, 및 하나 이상의 상용화제를 용융-블렌딩하는 단계; (6) 이로써 유화된 혼합물을 형성하는 단계; (7) 유화된 혼합물을 추가의 희석수와 접촉시키면서 임의로 이로부터 발생하는 열을 제거하는 단계; (8) 이로써 물에 분산된 고체 입자를 형성하는 단계; 및 (9) 이로써 수성 분산액을 형성하는 단계를 포함한다.

[0047] 수성 분산액, 예를 들어 고체 함유물은 400 내지 1500 나노미터 (nm) 범위의 평균 부피 입자 크기 직경을 가질 수 있다. 400 내지 1500 nm로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 수성 분산액은 400, 425, 또는 450 nm의 하한치 내지 1500, 1475, 또는 1450 nm의 상한치의 평균 부피 입자 크기 직경을 가질 수 있다. 예를 들어, 수성 분산액은 400 내지 1500 nm, 425 내지 1475 nm, 또는 450 내지 1450 nm의 평균 부피 입자 크기 직경을 가질 수 있다.

[0048] 본 개시내용의 실시양태에서, 본원에 개시된 코팅 조성물을, 수성 분산액을 다른 성분과 합하여 코팅 조성물을 형성함으로써, 형성할 수 있다. 본원에 추가로 논의된, 수성 분산액 및 코팅 조성물의 다른 성분을 다양한 공정을 통해 합할 수 있다. 다른 공정들 중에서도, 예를 들어 수성 분산액과 코팅 조성물의 다른 성분을, 인-라인 혼합기라고도 지칭되는 정적 혼합기와 같은 혼합기를 이용함으로써, 및/또는 교반 용기, 예컨대 교반 탱크를 이용함으로써, 수동으로 혼합하여, 본원에 개시된 코팅 조성물을 형성할 수 있다.

[0049] 언급된 바와 같이, 본원에 개시된 코팅 조성물은 안정화 용매 조성물을 포함한다. 실시양태에서 안정화 용매 조성물은 제1 알콜 및 제2 알콜을 포함하고, 여기서 제1 알콜 및 제2 알콜의 각각의 알킬쇄는 1 내지 3개의 탄

소 원자를 갖되, 단 제1 알콜과 제2 알콜 중 어떤 것도 프로필렌 글리콜이 아니다.

- [0050] 제1 알콜은 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르, 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에탄올 및 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 제1 알콜의 각각의 알킬쇄는 탄소 1개의 길이, 탄소 2개의 길이, 또는 탄소 3개의 길이를 갖는다. 제1 알콜은 안정화 용매 조성물의 총 중량을 기준으로 안정화 용매 조성물의 20 내지 80 중량 퍼센트일 수 있고; 예를 들어 제1 알콜은 안정화 용매 조성물의 총 중량을 기준으로 안정화 용매 조성물의 30 내지 70 중량 퍼센트, 40 내지 60 중량 퍼센트, 또는 50 중량 퍼센트일 수 있다.
- [0051] 제2 알콜은 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르, 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에탄올 및 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 실시양태에서 제2 알콜은 제1 알콜과 상이한 알콜이다. 제2 알콜의 각각의 알킬쇄는 탄소 1개의 길이, 탄소 2개의 길이, 또는 탄소 3개의 길이를 갖는다. 제2 알콜은 안정화 용매 조성물의 총 중량을 기준으로 안정화 용매 조성물의 20 내지 80 중량 퍼센트일 수 있고; 예를 들어 제2 알콜은 안정화 용매 조성물의 총 중량을 기준으로 안정화 용매 조성물의 30 내지 70 중량 퍼센트, 40 내지 60 중량 퍼센트, 또는 50 중량 퍼센트일 수 있다.
- [0052] 본 개시내용의 많은 실시양태에 따라, 안정화 용매 조성물은 추가의 알콜, 예를 들어 제3 알콜 또는 제3 및 제4 알콜 등을 포함할 수 있다. 추가의 알콜은 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르, 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르, 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에탄올, 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 에틸렌 글리콜 모노부틸 에테르, n-부탄올, sec-부탄올, 이소부탄올, tert-부탄올, 노르말 아밀 알콜, 이소아밀 알콜, 황성 아밀 알콜, 네오펜틸 알콜 3-펜탄올, 멘틸 (n) 프로필 카르비놀, 메틸 이소프로필 카르비놀, 및 3급 아밀 알콜로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 실시양태에서 추가의 알콜은 제1 알콜 및 제2 알콜과 상이한 알콜이다. 추가의 알콜은 다양한 용도에서 안정화 용매 조성물의 상이한 퍼센트를 차지할 수 있다.
- [0053] 본원에 개시된 코팅 조성물은 염기성 수 조성물을 포함할 수 있다. 염기성 수 조성물은 염기를 포함한다. 염기의 예는 본원에 논의된 염기를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0054] 염기성 수 조성물은 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 90 내지 99.9 중량 퍼센트의 물을 포함할 수 있다. 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 90 내지 99.99 중량 퍼센트의 물로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 물의 중량 퍼센트는 90, 90.5, 91, 또는 93 퍼센트의 하한치 내지 99.99, 99.9, 99, 또는 98 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 염기성 수 조성물은 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 90 내지 99.99, 90.5 내지 99.9, 91 내지 99, 또는 93 내지 98 중량 퍼센트의 물을 포함할 수 있다. 염기성 수 조성물은 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 내지 10 중량 퍼센트의 염기를 포함할 수 있다. 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 내지 10 중량 퍼센트의 염기로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 염기의 중량 퍼센트는 0.01, 0.1, 1, 또는 2 퍼센트의 하한치 내지 10, 9.5, 9, 또는 7 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 염기성 수 조성물은 염기성 수 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 내지 10, 0.1 내지 9.5, 1 내지 9, 또는 2 내지 7 중량 퍼센트의 염기를 포함할 수 있다.
- [0055] 본원에 개시된 코팅 조성물은 8 내지 11 범위의 pH를 가질 수 있다. 8 내지 11로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 코팅 조성물은 8, 8.1, 8.2, 또는 8.3의 하한치 내지 11, 10.9, 10.8, 또는 10.7의 상한치의 pH를 가질 수 있다. 예를 들어, 코팅 조성물은 8 내지 11, 8.1 내지 10.9, 8.2 내지 10.8, 또는 8.3 내지 10.7의 pH를 가질 수 있다.
- [0056] 본원에 개시된 코팅 조성물은 가교제를 포함할 수 있다. 가교제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 내지 40 중량 퍼센트일 수 있다. 0.01 내지 40 중량 퍼센트로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 가교제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01, 0.02, 또는 0.1 중량 퍼센트의 하한치 내지 40, 30, 또는 20 중량 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 가교제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 내지 40 중량 퍼센트, 0.02 내지 30 중량 퍼센트, 또는 0.1 내지 20 중량 퍼센트일 수 있다.
- [0057] 본 개시내용의 실시양태에서 가교제는 코팅 조성물 내에 함유된 반응성 관능기와 반응함으로써 상기 관능기들 사이의 가교를 용이하게 하는 화합물일 수 있다. 상기 관능기는 수성 분산액의 성분, 예를 들어 (a) 베이스 중합체, (b) 중합체 안정화제, 및/또는 (c) 상용화제 내에 존재할 수 있다. 예를 들어, 반응성 관능기는, 유리된 또는 중화된 형태의, 산 기, 에센대 카르복실산 기, 또는 또 다른 성분에 의해 또 다른 활성 수소를 갖게 된 임

의의 관능기, 예컨대 알콜 기, 아미노 기 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [0058] 가교제 내의 가교성 관능기는 코팅 조성물의 반응성 관능기와 반응할 수 있는 기이다. 예를 들어, 카르보디이미드 기, 옥사졸린 기, 이소시아네이트 기, 히드록시알킬아미드 기, 에폭시 기, 메틸올 기, 알데히드 기, 산 무수물 기, 히드록시 기, 아지리디닐 기, 및/또는 실란 기가 가교제를 위해 사용될 수 있다.
- [0059] 산 관능기 가교의 또 다른 가능성은 전술된 산 기와 다가 금속 이온 함유 물질, 예컨대 산화아연의 반응에 의한 다가 금속 이온의 사용에 의한 것이다. 카르복실산은 또한 강산의 촉매작용 하에서 다관능성 올레핀성 불포화 물질과의 반응에서 가교될 수 있다. 다관능성 카르보네이트는 또한 카르복실산과 반응하여 이산화탄소를 유리시키면서 에스테르 결합을 생성할 수 있다. 또한, 폴리올레핀성 물질은 과산화물의 첨가 또는 방사선, 예를 들어 전자 빔을 통해 개시되는 자유 라디칼 가교에 의해 가교될 수 있다.
- [0060] 많은 실시양태에 따라 가교제는 페놀-포름알데히드 수지; 히드록시알킬아미드 수지; 우레아-포름알데히드 수지, 멜라민 포름알데히드 수지, 벤조구아나민 포름알데히드 수지, 무수물 수지를 포함하나 이에 제한되는 것은 아닌 아미노-포름알데히드 수지; 에폭시 수지, 에폭시 기 함유 폴리에스테르를 포함하나 이에 제한되는 것은 아닌 에폭시 기 함유 수지 또는 아크릴 수지 및 블로킹된 이소시아네이트 수지, 및 이들 중 2종 이상의 조합을 포함하되, 단 상기 가교제의 조합은 상용성이다.
- [0061] 가교제는 수분산된, 수분산성, 또는 수용성 물질일 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 가교제의 예는 2개 이상의 옥사졸린 기, 카르보디이미드 기, 히드록시알킬아미드 기, 에폭시 기, 이소시아네이트 기, 메틸올 기 등 또는 분자당 다수의 이들 기를 함유하는 수성 단량체성 또는 중합체성 물질을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0062] 옥사졸린 가교제의 예는 그의 분자 내에 2개 이상의 옥사졸린 기를 갖는 수성 중합체이고, 이것은 옥사졸린 기-함유 단량체 및 필요한 경우에 에틸렌성 불포화 단량체의 중합에 의해 획득될 수 있다. 대안적으로, 옥사졸린 가교제는 또한 니트릴 기와 아미노에탄올 기의 반응, 히드록실알킬아미드 기의 탈수 등에 의해 획득될 수 있다.
- [0063] 2개 이상의 카르보디이미드 기를 갖는 가교제는 디이소시아네이트 화합물의 탈카르복실화 반응을 수반하는 축합 반응에 의해 디이소시아네이트 화합물로부터 제조될 수 있다. 디이소시아네이트 화합물의 예는 1,5-나프틸렌 디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄 디이소시아네이트, 4,4'-디페닐디메틸메탄 디이소시아네이트, 1,4-페닐렌 디이소시아네이트, 2,4-톨릴렌 디이소시아네이트, 2,6-톨릴렌 디이소시아네이트, 헥산메틸렌 디이소시아네이트, 시클로헥산-1,4-디이소시아네이트, 크실릴렌 디이소시아네이트, 이소포론 디이소시아네이트, 디시클로헥실메탄-4,4'-디이소시아네이트, 메틸시클로헥산 디이소시아네이트, 및 테트라메틸크실릴렌 디이소시아네이트 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 이들 화합물은 또한 혼합물로서 사용될 수 있다. 일관성 있게, 이소시아네이트가, 예를 들어 수지 분자쇄 길이를 조절하기 위해 포함될 수 있고, 예컨대 페닐 이소시아네이트, 톨릴 이소시아네이트, 시클로헥실이소시아네이트, 디메틸페닐 이소시아네이트, 부틸이소시아네이트, 및 나프틸 이소시아네이트가 유용하다. 디이소시아네이트 물질은 히드록실 기, 이미노 기, 아미노 기, 카르복실 기, 메르캅토 기, 에폭시 기 등을 갖는 지방족 화합물, 지환족 화합물, 또는 방향족 화합물과 부분적으로 반응할 수 있다. 디이소시아네이트 화합물의 탈카르복실화를 수반하는 축합 반응에서, 카르보디이미드화 촉매가 사용될 수 있다. 상기 촉매로서, 예를 들어 포스폴렌 옥시드, 예컨대 1-페닐-2-포스폴렌-1-옥시드, 3-메틸-2-포스폴렌-1-옥시드, 1-에틸-2-포스폴렌-1-옥시드, 및 그의 3-포스폴렌 이성질체가 사용될 수 있다.
- [0064] 카르보디이미드 기-함유 중합체를 수성 중합체로 전환시키기 위해, 친수성 분절을 카르보디이미드 기-함유 중합체의 분자 구조 내에 제공할 수 있다. 예를 들어 이소시아네이트 기와의 반응성을 갖는 관능기를 갖는 친수성 분절을 제공함으로써 카르보디이미드 기를 함유하는 수성 중합체를 획득할 수 있다. 친수성 분절로서, 디알킬아미노 알킬아민의 4급 암모늄 염 (예를 들어, 2-디메틸아미노에탄올의 4급 암모늄 염); 디알킬아미노 알킬아민의 4급 염 (예를 들어, 3-디메틸아미노-n-프로필아민); 하나 이상의 반응성 히드록실 기를 갖는 알킬 술포산 염 (예를 들어, 소듐히드록시프로판술포네이트); 폴리에틸렌 옥시드 또는 말단이 알콕시 기로 캡핑된 폴리에틸렌 옥시드와 폴리프로필렌 옥시드 (예를 들어, 말단 위치가 메톡시 기 또는 에톡시 기로 캡핑된 폴리에틸렌 옥시드)의 혼합물이 사용될 수 있다.
- [0065] 가교제, 예를 들어 수성 가교제는, 에폭시 기를 함유할 수 있고; 그 예는 소르비톨 폴리글리시딜 에테르, 글리세롤 트리글리시딜 에테르, 폴리글리세롤 폴리글리시딜 에테르, 트리메틸올프로판 트리글리시딜 에테르, 폴리(에틸렌글리콜) 디글리시딜 에테르, 폴리(프로필렌글리콜) 디글리시딜 에테르, 페놀 에틸렌옥시드 글리시딜 에테르, 및 라우릴 알콜 에틸렌옥시드 글리시딜 에테르 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 이외에도, 폴리옥시에틸렌 폴리올 화합물과 무수물 화합물의 반응을 통해 획득된 카르복시 화합물과 그의 분자 내에 2

개 이상의 에폭시 기를 갖는 에폭시 수지의 반응에 의해 수득된 수용성 에폭시 수지; 및 수용성 에폭시 수지와 그의 분자 내에 2개 이상의 에폭시 기를 갖는 에폭시 수지의 혼합에 의해 수득된 자가-유화성 에폭시 수지 조성물이 예로서 언급된다. 상기 수지는 예를 들어 더 다우 케미칼 캄파니로부터 상표명 XZ 92533.00, XZ 92598.00, 및 XZ 92446.00으로서 수득될 수 있다.

[0066] 무수물 화합물의 예는 방향족 무수물, 예컨대 프탈산 무수물, 트리멜리트산 무수물, 및 피로멜리트산 무수물; 및 시클릭 지방족 무수물, 예컨대 말레산 무수물, 숙신산 무수물, 테트라히드로프탈산 무수물, 메틸 테트라히드로프탈산 무수물, 메틸 나드산 무수물, 알케닐 숙신산 무수물, 헥사히드로프탈산 무수물, 및 메틸 헥사히드로프탈산 무수물을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 그의 분자 내에 2개 이상의 에폭시 기를 갖는 에폭시 수지에는 제한이 없으며, 2 이상의 에폭시 관능기수를 갖는 모든 공지된 에폭시 수지가 사용될 수 있다. 그 예는 에피클로로하이드린 및 다가 화합물, 예컨대, 페놀 노볼락, 및 크레졸 노볼락 비스페놀 A, 비스페놀 F, 비스페놀 S, 레소르시놀, 히드로퀴논 또는 카테킨으로부터 수득된 폴리글리시딜 에테르; 알킬렌 옥시드-부가된 비스페놀 A; 폴리알콜, 예컨대 폴리프로필렌 글리콜, 1,6-헥산디올, 트리메틸올 프로판, 글리세린, 시클로헥산디메탄올; 및 폴리카르복실산, 예컨대 아디프산, 프탈산, 이량체 산 등의 폴리글리시딜 에스테르 및 폴리글리시딜 아민이다.

[0067] 이소시아네이트 기를 함유하는 가교제, 예를 들어 수성 가교제는, 예를 들어 각각 원료로서 1,6-헥사메틸렌 디이소시아네이트 및/또는 이소포론 디이소시아네이트를 함유하는, 이소시아나이드 기-함유 폴리이소시아나이드, 우레토디온 기-함유 폴리이소시아나이드, 우레토디온 기/이소시아나이드 기 함유 폴리이소시아나이드, 우레탄 기 함유 폴리이소시아나이드, 알로파네이트 기 함유 폴리이소시아나이드, 뷰렛 기 함유 폴리이소시아나이드, 카르보다이미드 기 함유 폴리이소시아나이드, 및 우레토디온 기 함유 폴리이소시아나이드로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 물질을 주로 함유하는 폴리이소시아나이드; 및 이소시아나이드 기와 반응할 수 있는 1개 이상의 활성 수소 기를 갖는 친수성 계면활성제 또는 셋 이상의 폴리-에틸렌 옥시드 단위를 함유하는 폴리에틸렌 에테르 알콜과, 원료로서 지방산 및 히드록실 함유 화합물의 탄소 개수의 합계가 8 이상이고 이소시아나이드 기와 반응할 수 있는 1개 이상의 활성 수소 기를 갖는 지방산 에스테르와의 반응에 의해 수득된 자가-유화성 폴리이소시아나이드이다. 상기 이외에도, 1,6-헥사메틸렌디이소시아나이드 및/또는 이소포론 디이소시아나이드 및 활성 수소 기-함유 화합물의 반응에 의해 수득된 우레탄 기-함유 폴리이소시아나이드, 또는 이들 디이소시아나이드 화합물의 알로파네이트화 반응, 카르보다이미드화 반응, 우레토디온화 반응, 및 뷰렛화 반응에 의해 수득된 폴리이소시아나이드가 언급될 수 있다.

[0068] 알데히드로부터 유래하는 가교제의 예는 수-분산된 또는 수-분산성 또는 수용성 페놀 포름알데히드 수지, 아미노 포름알데히드 수지 또는 그의 조합이다.

[0069] 페놀 포름알데히드 가교제는 알데히드와 페놀의 반응 생성물을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 알데히드의 예는 포름알데히드 및 아세트알데히드를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 다양한 페놀, 예컨대 페놀, 크레졸, p-페닐페놀, p-tert-부틸페놀, p-tert-아밀페놀, 시클로펜틸페놀, 크레실산, 비스페놀-A, 비스페놀-F 등, 및 그의 조합이 사용될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한 산 관능성 페놀이 페놀 포름알데히드 수지의 제조에서 사용될 수 있다. 가교제는 에테르화되지 않거나 알콜 또는 폴리올로 에테르화될 수 있다. 이들 페놀 포름알데히드 수지는 수용성 또는 물에 자가-유화성일 수 있거나, 콜로이드 안정화제, 예컨대 폴리비닐 알콜의 사용에 의해 안정화될 수 있다.

[0070] 아미노 포름알데히드 가교제는 알데히드와 아미노 또는 아미도 기 함유 분자의 반응 생성물을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 알데히드의 예는 포름알데히드 및 아세트알데히드를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 다양한 아미노 또는 아미도 기 함유 분자, 예컨대 우레아, 멜라민, 벤조구아나민, 아세토구아나민, 글리콜우릴 등이 사용될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 적합한 아미노 가교 수지는 멜라민-포름알데히드, 우레아-포름알데히드, 벤조구아나민-포름알데히드, 아세토구아나민-포름알데히드, 글리콜우릴-포름알데히드 수지를 포함한다. 또한 아미노 포름알데히드 수지의 메틸올 기는 1가 지방족 알콜, 예컨대 메탄올 및/또는 n-부탄올의 기 중 하나 이상으로 부분적으로 또는 완전히 에테르화될 수 있다. 이들 아미노 포름알데히드 수지는 수용성 또는 물에 자가-유화성일 수 있거나, 아미노 포름알데히드 분산액을 안정화시키는 데 사용될 수 있는 콜로이드 안정화제, 예컨대 폴리비닐 알콜의 사용에 의해 안정화될 수 있다.

[0071] 수용성 또는 수분산성이고 본 발명의 목적에 유용한, 상업적으로 입수가 가능한 아미노-포름알데히드 수지의 예는 사이텍 서피스 스페셜티즈(Cytec Surface Specialties)로부터의 사이멜™ 301, 사이멜™ 303, 사이멜™ 370, 및 사이멜™ 373을 포함한다. 아미노 화합물과 반응하여 수지상 물질을 형성하는 데 사용되는 다른 알데

히드는 크로톤산 알데히드, 아크롤레인, 또는 알데히드를 생성하는 화합물, 예컨대 헥사메틸렌-테트라민, 파르 알데히드 등이다.

[0072] 많은 실시양태에서 가교제는 히드록시알킬 아미드를 포함한다. 가교제는 수용성일 수 있고 카르복실산을 가교시키는 데 사용될 수 있다. 히드록시알킬 아미드의 예는 비스(N,N'-디히드록시에틸)아디파미드 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 화합물은 스위스에 소재하는 이엠에스-프리미드(EMS-PRIMID)로부터 상표명 프리미드(PRIMID)TM로서 상업적으로 입수가 가능한 가교제 수지, 예를 들어 프리미드TM XL-522, 프리미드TM SF-4510 및 프리미드TM QM-1260이다.

[0073] 많은 실시양태에서 하나 이상의 가교제는 수성 분산액 배합 공정의 일부로서 수성 분산액에 첨가될 수 있고; 또는 대안적으로 많은 실시양태에서 하나 이상의 가교제는 코팅 조성물에 첨가될 수 있거나, 예를 들어 가교제는 분산액 배합 공정 후에 수성 분산액에 첨가될 수 있다.

[0074] 코팅의 용도, 예를 들어 코팅된 용기 내에 함유될 식품 및/또는 음료의 유형, 및 원하는 코팅 특성에 따라, 다수의 가교제를 합하는 것이 유리할 수 있다. 또한, 몇몇 코팅 용도의 경우에, 몇몇 가교제는 다른 것보다 더 적합할 수 있다. 몇몇 가교제는 특정한 코팅 용도에 적합하지 않을 수 있다. 몇몇 가교제는 경화를 위한 촉매와 함께 사용될 수 있다. 가교제는, 예를 들어 가교제를 함유하지 않는 동일한 코팅 조성물에 비해 보다 높은 MEK 이중 문지름(Double Rub) 값에 의해 시사되는 열경화 네트워크를 형성하는 것을 도울 수 있다.

[0075] 본 개시내용의 실시양태에서 코팅 조성물은 산화방지제를 포함할 수 있다. 산화방지제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.001 중량 퍼센트 내지 0.1 중량 퍼센트일 수 있다. 0.001 내지 0.1 중량 퍼센트로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 산화방지제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.001, 0.002, 또는 0.005 중량 퍼센트의 하한치 내지 0.1, 0.09, 또는 0.07 중량 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 산화방지제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.001 내지 0.1 중량 퍼센트, 0.002 내지 0.09 중량 퍼센트, 또는 0.005 내지 0.07 중량 퍼센트일 수 있다. 산화방지제는, 예를 들어 높은 경화 온도에서, 수성 분산액을 보호하는 것을 도울 수 있다. 본 개시내용의 실시양태에서 산화방지제는 장애 페놀류를 포함한다. 장애 페놀류의 예는 시바(Ciba)로부터 입수가 가능한 이르가노스(IRGANOX)TM 1010으로서 상업적으로 입수가 가능한 펜타에리트리톨 테트라키스(3-(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0076] 본 개시내용의 실시양태에서 코팅 조성물은 윤활제를 포함할 수 있다. 윤활제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 중량 퍼센트 내지 7 중량 퍼센트일 수 있다. 0.1 내지 7 중량 퍼센트로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 윤활제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01, 0.1, 또는 0.5 중량 퍼센트의 하한치 내지 7, 6.5, 또는 5 중량 퍼센트의 상한치일 수 있다. 예를 들어, 윤활제는 코팅 조성물의 총 중량을 기준으로 코팅 조성물의 0.01 내지 7 중량 퍼센트, 0.1 내지 6.5 중량 퍼센트, 또는 0.5 내지 5 중량 퍼센트일 수 있다.

[0077] 윤활제의 예는 지방산 에스테르 왁스, 규소-기재의 왁스, 플루오르-기재의 왁스, 폴리에틸렌 또는 다른 유사한 폴리올레핀 왁스, 카르나우바 왁스, 라놀린 왁스를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상업적으로 입수가 가능한 폴리올레핀 왁스의 예는 엘레멘티스(Elementis)로부터 입수가 가능한 슬립-에이드(SLIP-AYD)[®] SL 404이다. 상업적으로 입수가 가능한 규소-기재의 왁스의 예는 빅(BYK)으로부터 입수가 가능한 빅[®]-375이다.

[0078] 본 개시내용의 실시양태에서 코팅 조성물은 첨가제를 포함할 수 있다. 첨가제의 예는 특히, 충전제, 촉매, 습윤제, 소포제, 유동제, 이형제, 슬립제, 블로킹 방지제, 황 염색을 마스킹하기 위한 첨가제, 안료 습윤/분산제, 침강 방지제, UV 안정화제, 접착 촉진제, 부식 억제제, 안료, 예를 들어 이산화티탄, 운모, 탄산칼슘, 황산바륨, 실리카, 산화아연, 분쇄 유리, 알루미늄 삼수화물, 활석, 삼산화안티몬, 비산제, 및 점토 등; 임의로 하나 이상의 용매, 예를 들어 글리콜, 글리콜 에테르, 2,2,4-트리메틸-1,3-펜탄디올 모노이소부티레이트, 미네랄 스피릿, 및 벤조에이트 에스테르 등; 임의로 하나 이상의 분산제, 예를 들어 아미노알콜, 및 폴리카르복실레이트, 임의로 하나 이상의 소포제, 임의로 하나 이상의 보존제, 예를 들어 살생물제, 방미제, 살진균제, 살조제 및 그의 조합, 임의로 하나 이상의 증점제, 예를 들어 셀룰로스 기재의 증점제, 예컨대 히드록시에틸 셀룰로스, 소수성 개질된 알칼리 가용성 에멀전, 소수성 개질된 에톡실화 우레탄 증점제 및 그의 조합을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상이한 양의 다양한 첨가제가 상이한 코팅 용도를 위해 이용될 수 있다.

[0079] 언급된 바와 같이, 본원에 개시된 코팅 조성물은 기재에 도포될 수 있다. 기재의 예는, 특히, 음료 캔, 식품 캔; 에어로졸 용기, 예컨대 비-식료품, 예를 들어 헤어 스프레이, 염모제 또는 컬러 스프레이 래커를 위한

용기; 드럼; 케그(keg); 들통; 장식용 강통; 오픈 트레이(open tray); 튜브; 병; 모노블록(monobloc); 캡, 뚜껑, 예컨대 요구르트 및 버터 용기를 위한, 알루미늄박을 기재로 하는 뚜껑, 또는 크라운 코르크(crown cork); 유리 자(jar) 및 병을 위한 마개, 예컨대 롤-온(roll-on) 마개, 진공 마개, 변조 방지(pilfer-proof) 마개, 캔 마개를 위한 이지 필(easy peel) 뚜껑, 및 캔을 위한 개봉하기 용이한 단부 또는 통상적인 단부를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 본원에 개시된 코팅 조성물이 도포될 수 있는 캔은 2 피스 캔 또는 3 피스 캔일 수 있다. 음료 캔은 맥주 캔, 탄산 청량 음료 캔, 에너지 드링크 캔, 아이소토닉 드링크 캔, 물 캔, 주스 캔, 차(tea) 캔, 커피 캔, 우유 캔 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 식품 캔은 야채 캔, 과일 캔, 고기 캔, 스프 캔, 인스턴트 식품 캔, 생선 캔, 식용유 캔, 소스 캔 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 캔은 다양한 형상을 가질 수 있고; 예를 들어 상기 캔은 원통형 형상, 입방체, 구체, 반-구체, 병 형상, 세장형 입방체 형상, 얇거나 또는 긴 형상, 둥글거나 또는 직사각형인 형상 또는 다른 적합한 형상 또는 그의 조합을 가질 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 기재는 금속, 예를 들어 금속 기재를 포함한다. 금속의 예는 알루미늄 및 알루미늄 합금, 강철, 전기 주석 도금 냉간 압연 저탄소 연강철, 전기 크롬/산화크롬 코팅된 냉간 압연 저탄소 연강철, 및 다른 예비-처리된 강철을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 예비-처리는 1차 부식 방지 및 개선된 접착과 같은 이유를 위해, 인산, 인산지르코늄, 인산크롬 등뿐만 아니라 실란을 사용한 처리를 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 금속 기재는 시트, 스트립 또는 코일을 포함할 수 있다. 기재는 하나 이상의 예비-코팅 조성물로 예비-코팅될 수 있다. 상기 예비-코팅 조성물은 하나 이상의 수지 결합제, 하나 이상의 수지 가교제, 하나 이상의 용매, 하나 이상의 첨가제, 및 하나 이상의 안료를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 수지 결합제의 예는 에폭시, 폴리에스테르, 폴리비닐 클로라이드 함유 유기졸/비닐, 페놀류, 알키드, 올레오수지, 아크릴 수지 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 가교제의 예는 페놀-포름알데히드 수지; 우레아-포름알데히드, 멜라민 포름알데히드, 벤조구아나민 포름알데히드를 포함하나 이에 제한되는 것은 아닌 아미노-포름알데히드 수지; 무수물 수지, 블로킹된 이소시아네이트 수지, 및 에폭시 수지, 에폭시 기 함유 폴리에스테르를 포함하나 이에 제한되는 것은 아닌 에폭시 기 함유 수지, 아크릴성 수지, 비닐 수지 등을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 용매 및 희석제(thinner)의 예는 글리콜 에테르, 알콜, 방향족, 예를 들어 방향족 탄화수소, 화이트 스피릿, 분지형 케톤 및 에스테르를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 첨가제의 예는 촉매, 윤활제, 습윤제, 소포제, 유동제, 이형제, 슬립제, 블로킹 방지제, 황 염색을 마스킹하기 위한 첨가제, 안료 습윤/분산제, 침강 방지제, UV 안정화제, 접착 촉진제를 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 안료는 이산화티탄, 산화아연, 산화알루미늄, 아연 및 알루미늄을 포함하나, 이에 제한되는 것은 아니다. 기재는 또한 하나 이상의 예비-코팅된 라미네이트 조성물로 예비-코팅될 수 있다. 상기 조성물은, 예를 들어 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 또는 폴리에스테르 조성물을 포함할 수 있고, 필름으로서 필름 라미네이션 공정 또는 용융-압출 코팅 공정을 통해 금속 기재 상에 도포될 수 있다.

[0080] 기재는 스탬핑(stamping), 드로잉(drawing), 리드로잉(redrawing), 월 아이어닝(wall ironing), 벤딩(bending), 비딩(beading), 엠보싱(embossing), 디보싱(debossing), 플랜징(flanging), 넥킹(necking), 연신, 블로우-연신 및/또는 다른 적합한 통상적인 방법을 통해 형성될 수 있다. 상기 방법은 통상의 기술자에게 공지되어 있다. 많은 실시양태에 따라, 코팅 조성물은, 예를 들어 기재, 예를 들어 금속 시트 또는 금속박에 도포될 수 있고, 이어서 코팅된 기재는 코팅된 물품, 예를 들어 용기 장치 또는 코팅된 마개 장치로 형성될 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 기재는 용기, 예를 들어 용기 장치 또는 마개 장치로 형성될 수 있고, 이어서 용기 장치 또는 마개 장치는 코팅 조성물로 코팅되어 코팅된 물품을 형성할 수 있다. 코팅 조성물은 다양한 방법; 예를 들어, 롤러 코팅, 스프레이 코팅, 분말 코팅, 침지 코팅, 전착 코팅, 프린팅, 워시 코팅, 플로(flow) 코팅, 드로 다운(draw down) 코팅 및/또는 커튼 코팅에 의해 도포될 수 있다. 코팅, 즉 기재에 도포된 코팅 조성물은 0.01 마이크로미터 (μm) 내지 2 밀리미터 (mm) 범위의 두께를 가질 수 있다. 0.01 μm 내지 2 mm로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 코팅은 0.01 μm , 0.05 μm , 또는 1 μm 의 하한치 내지 2 mm, 1.5 mm, 또는 1 mm의 상한치의 두께를 가질 수 있다. 예를 들어, 코팅은 0.01 μm 내지 2 mm; 0.05 μm 내지 1.5 mm; 또는 대안적으로 0.1 μm 내지 1 mm의 두께를 가질 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 코팅은 5 μm 내지 50 μm 범위의 두께를 가질 수 있다.

[0081] 기재에 도포된 코팅 조성물은 경화되어, 예를 들어 경화된 코팅을 형성할 수 있다. 경화 공정은 건조, 예를 들어 특히, 공기 건조, 컨벡션 오븐 건조, 고온 공기 건조, 및/또는 적외선 오븐 건조를 포함할 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 경화는 방사선 경화, 예를 들어 전자-빔 경화를 포함할 수 있다. 기재에 도포된 코팅 조성물은 10°C 내지 375°C 범위의 온도에서 60분 미만, 예를 들어 40분 미만, 30분 미만, 20분 미만, 10분 미만, 5분 미만, 2분 미만, 1분 미만, 또는 20초 미만의 기간 동안 경화될 수 있다. 10°C 내지 375°C로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 기재에 도포된 코팅 조성물은 15°C 내지

260℃ 범위의 온도에서 60분 미만, 예를 들어 40분 미만, 20분 미만, 10분 미만, 5분 미만, 2분 미만, 또는 1분 미만의 기간 동안 경화될 수 있거나, 대안적으로, 기재에 도포된 코팅 조성물은 15℃ 내지 235℃ 범위의 온도에서 60분 미만, 예를 들어 40분 미만, 10분 미만, 5분 미만, 2분 미만, 또는 1분 미만의 기간 동안 경화될 수 있다. 경화된 코팅은 0.01 마이크로미터 (μm) 내지 2 밀리미터 (mm) 범위의 두께를 가질 수 있다. 0.01 μm 내지 2 mm로부터의 모든 개별적인 값 및 부분범위가 본원에 포함되고 본원에 개시되며; 예를 들어, 경화된 코팅은 0.01 μm , 0.05 μm , 또는 1 μm 의 하한치 내지 2 mm, 1.5 mm, 또는 1mm의 상한치의 두께를 가질 수 있다. 예를 들어, 경화된 코팅은 0.01 μm 내지 2 mm; 0.05 μm 내지 1.5 mm; 또는 대안적으로 0.1 μm 내지 1 mm의 두께를 가질 수 있다. 많은 실시양태에 따라, 경화된 코팅은 1 μm 내지 50 μm 범위의 두께를 가질 수 있다.

[0082] 실시예

[0083] 실시예에서는, 물질에 대해, 예를 들어 하기를 포함하는, 다양한 용어 및 명칭이 사용되었다:

[0084] 폴리올레핀 (브라스켄 아메리카(Braskem America)로부터 입수가 가능한 폴리프로필렌인 CAS 9010-79-1, 6D43 폴리프로필렌), 안정화제 (더 다우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 에틸렌-아크릴산 공중합체인 CAS 번호 9010-77-9, 프리마코르™ 5980i), 상용화제 (클라리안트로부터 입수가 가능한 프로필렌-말레산 무수물 그래프트 공중합체인 리코센® 6452), 산화방지제 (시바로부터 입수가 가능한 펜타에리트리톨 테트라키스(3-(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트)인 이르가녹스™ 1010), 알콜 (아크로스 오르가닉스(Acros Organics)로부터 입수가 가능한 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르), 염기 (헌츠만(Huntsman)으로부터 입수가 가능한 디메틸에탄올아민), 가교제 (이엠에스-그릴테크(EMS-GRILTECH)로부터 입수가 가능한 히드록시알킬 아미드인 프리미드(PRIMID)® QM-1260), 용매 (더 다우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 글리콜 에테르인 부틸 셀로솔브(Butyl CELLOSOLVE)™), 알콜 (메글로발(MEGlobal)로부터 입수가 가능한 에틸렌 글리콜), 알콜 (더 더우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 프로필렌 글리콜 메틸 에테르인 도와놀(DOWANOL)™ PM), 알콜 (더 다우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르인 도와놀™ DPM), 알콜 (더 다우 케미칼 캄파니로부터 입수가 가능한 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르인 프로글리드(PROGLYDE)™ DMM), 알콜 (시그마 알드리치(Sigma Aldrich)로부터 입수가 가능한 에탄올), 4개의 탄소로 이루어진 알킬 쇠를 갖는 알콜 (유니바(Univar)로부터 입수가 가능한 1-부탄올), 용매 (유니바로부터 입수가 가능한 아세톤), 5개의 탄소로 이루어진 알킬 쇠를 갖는 알콜 (이스트만(Eastman)으로부터 입수가 가능한 2,2,4-트리메틸-1,3-펜탄디올 모노(2-메틸프로파노에이트)인 텍사놀(TEXANOL)™).

[0085] 실시예 1 - 코팅 조성물

[0086] 코팅 조성물인 실시예 1을 하기와 같이 제조하였다. 수성 분산액을 하기와 같이 제조하였다. 분당 212 그램으로 첨가되는 폴리프로필렌, 분당 68 그램으로 첨가되는 프리마코르™ 5980i, 및 분당 23 그램으로 첨가되는 리코센® 6452를, 이들을 수송하여 용융시키는 제어된 속도의 공급기를 사용하여, 25 mm 직경의 이축 압출기에 공급하였다. 압출기 온도 프로필을 약 160℃까지 급상승시켰다. 물과 염기를 함께 혼합하고, 중화제로서 물의 경우에 분당 70 그램으로 및 염기의 경우에 분당 31 그램으로 압출기에 공급하였다. 희석수를 2개의 개별 펌프를 통해 압출기의 희석 대역 내의 두 위치에 공급하였다. 압출기 온도 프로필을 압출기의 단부에서 100℃ 미만의 온도로 다시 냉각시켰다. 압출기 속도는 약 1200 rpm이었다. 압출기 출구에서, 증기 형성을 저감시키기 위해, 배압 조절기를 사용하여 압출기 배럴 내의 적합한 압력으로 조절하였다. 수성 분산액을 200 마이크로미터 필터를 통해 여과하였다. 수성 분산액은 47 중량 퍼센트의 고체 함유물 및 1.1 마이크로미터의 평균 입자 크기를 가졌다. 이어서, 수성 분산액을 수동으로 교반하고, 여과하고 (50 마이크로미터 필터), 용기에 첨가하여, 여과된 수성 분산액 (13.02 그램)을 제공하였다. 프리미드® QM-1260 (0.093 그램)을 용기의 함유물에 첨가하였다. 물 (2.57 그램)과 혼합된 염기 (0.008 그램)를 용기의 함유물에 첨가하였다. 에틸렌 글리콜 (1.29 그램)을 용기의 함유물에 첨가하였다. 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 (1.29 그램)를 용기의 함유물에 첨가하였다. 부틸 셀로솔브™ (0.116 그램)에 용해된 이르가녹스™ 1010 (0.006 그램)을 용기의 함유물에 첨가하였다. 용기의 함유물을 덮고 스피드믹서(SpeedMixer)™ 이중 비대칭 원심분리 실험실 혼합기(Dual Asymmetric Centrifugal Laboratory Mixer)에서 2분 동안 3000 RPM에서 교반하여 실시예 1을 제공하였다.

[0087] 실시예 2 - 코팅 조성물

[0088] 코팅 조성물인 실시예 2를 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 (1.29 그램) 대신에 에틸렌 글리콜 (0.64 그램)을 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 (1.29 그램) 대신에 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 (0.64 그램)를 사용하고 물 (2.57 그램)과 혼합된 염기 (0.008 그램) 대신에 물 (3.86 그램)과 혼합된 염기 (0.011 그램)를 사용하고 빅®-375 (공급된 그대로의 0.008 그램)를 코팅 조성물에 첨가했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 2를 제조하였다.

- [0089] 실시예 3 - 코팅 조성물
- [0090] 코팅 조성물인 실시예 3을 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 3을 제조하였다.
- [0091] 실시예 4 - 코팅 조성물
- [0092] 코팅 조성물인 실시예 4를 하기와 같이 제조하였다. 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 4를 제조하였다.
- [0093] 실시예 5 - 코팅 조성물
- [0094] 코팅 조성물인 실시예 5를 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 5를 제조하였다.
- [0095] 실시예 6 -코팅 조성물
- [0096] 코팅 조성물인 실시예 6을 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 에탄올 (1.29 그램)을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 6을 제조하였다.
- [0097] 실시예 7 - 코팅 조성물
- [0098] 코팅 조성물인 실시예 7을 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 디프로필렌 글리콜 디메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 에탄올 (1.29 그램)을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 7을 제조하였다.
- [0099] 실시예 8 - 코팅 조성물
- [0100] 코팅 조성물인 실시예 8을 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 디프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 에탄올 (1.29 그램)을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시예 8을 제조하였다.
- [0101] 비교 실시예 A
- [0102] 비교 실시예 A를 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 1-부탄올 (1.29 그램)을 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 아세톤 (1.29 그램)을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 비교 실시예 A를 제조하였다.
- [0103] 비교 실시예 B
- [0104] 비교 실시예 B를 하기와 같이 제조하였다. 에틸렌 글리콜 대신에 프로필렌 글리콜 메틸 에테르 (1.29 그램)를 사용하고 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르 대신에 텍사놀™ (1.29 그램)을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 비교 실시예 B를 제조하였다.
- [0105] 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B의 비교 점도(comparable viscosity)를, 형성 후 약 24시간 후에, 하밀톤 마이크로랩 스타(Hamilton Microlab STAR)™ 장비를 이용한 종합적 흡입 및 분주 모니터링(Total Aspiration and Dispensing Monitoring) 공정을 통해 결정하였다. 흡입 동안의 압력 강하를 사용하여, 점도 표준에 기반을 둔 미리 결정된 상관관계를 사용하여 각각의 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B의 점도를 예측하였다. 직접 측정된 흡입 압력 강하와 점도 사이의 관계를 일련의 50 내지 500 센티포아즈 점도 표준을 사용하여 보정하여, 비교 점도를 결정하였고, 이는 표 1에 기재되어 있다.

[0106] <표 1>

	비교 점도 (센티포아즈)
실시예 1	56
실시예 2	56
실시예 3	64
실시예 4	61
실시예 5	65
실시예 6	55
실시예 7	65
실시예 8	62
비교 실시예 A	301
비교 실시예 B	101

[0107]

[0108]

표 1의 데이터를 보아, 각각의 실시예 1 내지 8은, 비교 실시예 A와 비교 실시예 B 둘 다에 비해, 보다 낮은 비교 점도를 가졌다. 이들 보다 낮은 비교 점도는 몇몇 코팅 용도에서 바람직하다.

[0109]

각각의 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B의 일부에 대한 초기 점도를 결정함으로써, 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B에 대한 점도 안정성을 결정하였다. 초기 점도를 결정한 후에, 각각의 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B의 일부를, 밀봉되고 40℃에서 약 168시간 동안 유지된 개별적인 용기에 넣고, 그 후에 각각의 실시예 1 내지 8 및 비교 실시예 A 및 B의 일부를 약 20℃로 냉각시키고 하밀톤 마이크로랩 스타™ 장비를 이용한 종합적 흡입 및 분주 모니터링 공정을 통해 최종 점도를 결정하였다. 점도 안정성은 최종 점도를 초기 점도로 나눈 몫으로서 정의된다. 1.0 ± 0.1 의 점도 안정성은 코팅 조성물이 안정하다는 것을 시사한다. 점도 안정성은 표 2에 기재되어 있다.

[0110]

<표 2>

	점도 안정성 (단위 없음)
실시예 1	1.0
실시예 2	1.0
실시예 3	1.0
실시예 4	0.9
실시예 5	1.0
실시예 6	1.0
실시예 7	1.0
실시예 8	1.0
비교 실시예 A	2.3
비교 실시예 B	1.3

[0111]

[0112]

표 2의 데이터를 보아, 각각의 실시예 1 내지 8은, 비교 실시예 A와 비교 실시예 B 둘 다에 비해 개선된 점도 안정성을 가졌다. 또한, 표 2의 데이터를 보아, 각각의 실시예 1 내지 8은 안정한 코팅 조성물인 반면에, 비교 실시예 A 및 비교 실시예 B는 둘 다 불안정한 조성물이다.

[0113]

실시예 9 - 코팅된 물품

[0114]

코팅된 물품인 실시예 9를 하기와 같이 제조하였다. 알루미늄 패널 (올 포일즈(All Foils)로부터의 0.009×4 "

×12"의 깨끗한 캔 스톱 알루미늄)을 아세톤으로 세정하고, 이어서 건조시켰다. 실시예 1을 제조한 지 약 12시간 후에, 실시예 1 (약 3 그램)을 #13 권선 드로다운 바(wirewound drawdown bar)를 통해 알루미늄 패널에 도포하여 알루미늄 패널의 표면을 (20 마이크로미터 내지 30 마이크로미터의 습윤 코팅 두께로) 코팅하여 실시예 9를 제공하였다.

[0115] 실시예 10 내지 16 - 코팅된 물품

[0116] 코팅된 물품인 실시예 10 내지 16을 하기와 같이 제조하였다. 실시예 1 대신에 각각 실시예 2 내지 8를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 9와 동일하게 실시예 10 내지 16을 제조하였다.

[0117] 비교 실시예 C 및 D

[0118] 비교 실시예 C 및 D를 하기와 같이 제조하였다. 실시예 1 대신에 각각 비교 실시예 A 및 B를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 9와 동일하게 비교 실시예 C 및 D를 제조하였다.

[0119] 실시예 17 - 경화된 코팅을 갖는 코팅된 물품

[0120] 경화된 코팅을 갖는 코팅된 물품인 실시예 17을 하기와 같이 제조하였다. 실시예 9를 295℃ 컨벡션 오븐에 약 25 초 동안 넣어서 코팅 조성물을 경화시켜 실시예 17을 제공하였다.

[0121] 실시예 18 내지 24 - 경화된 코팅을 갖는 코팅된 물품

[0122] 경화된 코팅을 갖는 코팅된 물품인 실시예 18 내지 24를 하기와 같이 제조하였다. 실시예 9 대신에 각각 실시예 10 내지 16을 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 17과 동일하게 실시예 18 내지 24를 제조하였다.

[0123] 비교 실시예 E 및 F

[0124] 비교 실시예 E 및 F를 하기와 같이 제조하였다. 실시예 9 대신에 각각 비교 실시예 C 및 D를 사용했다는 것을 제외하고는 실시예 17과 동일하게 비교 실시예 E 및 F를 제조하였다.

[0125] 실시예 17 내지 24 및 비교 실시예 E 및 F에 대한 외관 등급을 외관 검사를 통해 결정하였다. 0의 외관 등급은, 코팅에 뚜렷한 구멍이 생기고 금속이 노출되고/되거나 광범위하게 표면이 거칠거나 변색됨을 시사하였다. 1의 외관 등급은 일부 표면이 거칠거나 변색된 연속적인 코팅을 시사하였다. 2의 외관 등급은 눈에 띄는 결함을 갖지 않는 매끄러운 코팅을 시사하였다. 외관 등급은 표 3에 기재되어 있다.

[0126] <표 3>

	외관 등급
실시예 17	1
실시예 18	2
실시예 19	1
실시예 20	1
실시예 21	1
실시예 22	1
실시예 23	1
실시예 24	1
비교 실시예 E	1
비교 실시예 F	1

[0127]

[0128] 표 3의 데이터를 보아, 각각의 실시예 17 내지 24는 1 이상의 외관 등급을 가졌다. 1 이상의 외관 등급은 몇몇 코팅 용도에서 바람직하다.

[0129] 실시예 17 내지 24 및 비교 실시예 E 및 F에 대한 접착 등급을 ASTM-D 3359, 방법 B를 통해 결정하였다. 5B의 접착 등급은 절단선의 모서리가 완전히 매끄럽고; 격자의 정사각형 중 어떤 것도 탈락되지 않음을 시사하였다. 4B의 접착등급은 코팅의 작은 박편이 교차점에서 탈락되고; 5% 미만의 영역이 영향을 받음을 시사하였다. 3B의 접착 등급은 코팅의 작은 박편이 절단선의 모서리를 따라 및 교차점에서 탈락됨을 시사하였다. 영향 받은 영역

은 격자의 5 내지 15%였다. 2B의 접착 등급은 코팅이 모서리를 따라 및 정사각형의 일부 상에서 박리됨을 시사하였다. 영향 받은 영역은 격자의 15 내지 35%였다. 1B의 접착 등급은 큰 리본 내의 절단선의 모서리를 따라 코팅이 박리되고 전체 정사각형이 탈락되었음을 시사하였다. 영향 받은 영역은 격자의 35 내지 65%였다. 0B의 접착 등급은 박리 및 탈락이 1B보다 더 현저했음을 시사하였다. 접착 등급은 표 4에 기재되어 있다.

[0130] <표 4>

	접착 등급
실시예 17	5B
실시예 18	5B
실시예 19	5B
실시예 20	5B
실시예 21	5B
실시예 22	5B
실시예 23	5B
실시예 24	5B
비교 실시예 E	5B
비교 실시예 F	5B

[0131]

[0132] 표 4의 데이터를 보아, 각각의 실시예 17 내지 24는 5B의 접착 등급을 가졌다. 5B의 접착 등급은 몇몇 코팅 용도에서 바람직하다.

[0133] 웨지 밴드 충격 시험을 실시예 17 내지 24 및 비교 실시예 E 및 F에 대해 빅 가드너(BYK Gardner) 충격 시험기를 사용하여 ASTM-D3281에 따라 수행하였다. 각각의 시험된 샘플의 백분율로서의 파손된 길이가, 기재된 퍼센트 파손이다. 실시예 17 내지 24 및 비교 실시예 E 및 F의 퍼센트 파손이 표 5에 기재되어 있다.

[0134] <표 5>

	퍼센트 파손
실시예 17	1
실시예 18	0
실시예 19	1
실시예 20	0
실시예 21	1
실시예 22	0
실시예 23	0
실시예 24	1
비교 실시예 E	5
비교 실시예 F	0

[0135]

[0136] 표 5의 데이터를 보아, 각각의 실시예 17 내지 24는 0 또는 1의 퍼센트 파손율을 가졌다. 이들 값은 각각의 실시예 17 내지 24가 몇몇 코팅 용도에서 바람직한 가요성과 내충격성 둘 다를 가졌음을 시사한다.