

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B05D 3/00 (2006.01)

B05D 3/02 (2006.01)

C09D 5/00 (2006.01)

F26B 3/347 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480007720.5

[43] 公开日 2006年4月19日

[11] 公开号 CN 1761533A

[22] 申请日 2004.2.3

[21] 申请号 200480007720.5

[30] 优先权

[32] 2003.2.4 [33] AU [31] 2003900491

[86] 国际申请 PCT/AU2004/000122 2004.2.3

[87] 国际公布 WO2004/069428 英 2004.8.19

[85] 进入国家阶段日期 2005.9.21

[71] 申请人 布卢斯科普钢铁有限公司

地址 澳大利亚维多利亚

[72] 发明人 维多利亚·查普曼

詹姆斯·维亚托斯

戴维·P·巴克斯顿

戴维·F·克里斯琴

[74] 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

代理人 李晓舒 魏晓刚

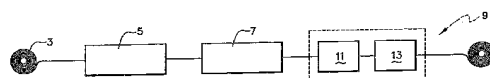
权利要求书 3 页 说明书 20 页 附图 1 页

[54] 发明名称

快速固化带有水的涂料涂层的方法

[57] 摘要

公开了一种固化带有水的涂料的方法，该涂料作为液体施加到一底层上而在该底层上形成一涂料涂层。该方法包括将所述镀覆的底层加热到一温度并将其保持在该温度，该温度低于（但优选地不超过 5-10°C）涂料中水的沸点，并使涂料中一定量的水气化，使得在随后的固化步骤中在所形成的涂料涂层中基本不存在由涂料中的水沸腾引起的气泡形式的表面缺陷（也称作“溶剂气孔”或“水气孔”）。该方法还包括在随后的固化步骤中将所述底层加热到比前述步骤的气化温度高的温度并固化所述涂料。图 1 是示出在钢带上的金属涂层以及而后带有水的涂料涂层的生产线。钢带从卷取机(3)上开卷并连续供给通过金属镀覆部分(5)、涂料敷料器部分(7)和固化部分(9)。该固化部分包括隔开的感应气化烘箱(11)和感应固化烘箱(13)。



1. 一种固化带有水的涂料的方法,所述涂料作为液体施加到一底层上而在该底层上形成一涂料涂层,所述方法包括如下步骤:
- 5 (a)将所述镀覆的底层加热到一温度并将其保持在该温度,所述温度低于涂料中水的沸点,并使涂料中一定量的水气化,使得在随后的固化步骤后在所述底层上基本不存在涂料涂层的溶剂气孔(如这里描述的); 和
- (b)在随后的固化步骤中将所述底层加热到比步骤(a)中的气化温度高的温度并固化所述涂料。
- 10 2. 如权利要求 1 中所述的方法,其中步骤(a)包括使所述涂料中的大量水气化。
3. 如权利要求 1 中所述的方法,其中步骤(a)包括使所述涂料中的至少50%的重量的水气化。
4. 如权利要求 1 中所述的方法,其中步骤(a)包括使所述涂料中的至少
- 15 60%的重量的水气化。
5. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)包括将所述温度保持在所述气化温度小于 5 秒。
6. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)包括将所述温度保持在所述气化温度 1-5 秒。
- 20 7. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)的所述气化温度尽可能接近所述涂料中的水的沸点。
8. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)的所述气化温度选择成比所述涂料中的水的沸点至少低 5℃。
9. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)的所述气化温度
- 25 选择成比所述涂料中的水的沸点低 5 和 10℃之间。
10. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)包括将所述镀覆的底层从较低的初始温度加热到所述气化温度。
11. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)包括在小于 2 秒内将温度从初始温度斜线升高至气化温度。
- 30 12. 如前述权利要求中任一项所述的方法,其中步骤(a)包括在 0.5-1.5 秒内将温度从初始温度斜线升高至气化温度。

13. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(a)包括供给运动热空气，以易于所述涂料中水的气化。
14. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(b)包括在小于6秒内将所述底层加热至较高温度。
- 5 15. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(b)包括在小于4秒内将所述底层加热至较高温度。
16. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(b)包括在小于2秒内将所述底层加热至较高温度。
17. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(b)包括将所述底层
10 从所述气化温度加热至180-260℃的峰值金属温度。
18. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中步骤(b)包括将所述底层从所述气化温度加热至190-260℃的峰值金属温度。
19. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中所述涂料包括体积为25-50%的固体(聚合材料和颜料)以及平衡液体、占多数的水。
- 15 20. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其包括在气化阶段(a)和固化阶段(b)中加热所述底层小于10秒。
21. 如权利要求20中所述的方法，其包括在阶段(a)和(b)中加热所述底层小于8秒。
22. 如权利要求20中所述的方法，其包括在阶段(a)和(b)中加热所述底
20 层小于6秒。
23. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其包括使所述镀覆的底层连续通过一气化烘箱，并在所述气化烘箱中执行气化阶段(a)，随后使所述镀覆的底层通过一分离的固化烘箱并在所述固化烘箱中固化所述涂料。
24. 如权利要求20中所述的方法，其包括在所述气化烘箱中将所述镀覆
25 的底层加热至所述气化温度，并使气化过程在所述镀覆的底层从所述气化烘箱传送到所述固化烘箱期间延续。
25. 如权利要求20中所述的方法，其中，所述烘箱之间的间距以及所述底层在所述烘箱之间的运动速率选择成，使得在所述气化温度下有足够的时间实现所需的气化量。
- 30 26. 如前述权利要求中任一项所述的方法，其中，所述底层是钢带，所述钢带在所述钢带上具有锌或锌/铝合金的镀层。

27. 一种在底层上形成涂料涂层的方法，所述方法包括如下步骤：
(a)将带有水的涂料作为液体施加到一底层而在该底层上形成一涂料涂层；和
(b)根据前述权利要求中任一项所述的方法固化所述涂料，而在所述底层
5 上产生一干涂料涂层。
28. 一种在底层上形成一涂料涂层的方法，所述方法包括如下步骤：
(a)在所述底层上形成一金属涂层；
(b)将带有水的涂料作为液体施加到金属镀覆的底层上而在该底层上形
成一涂料涂层；和
10 (c)根据权利要求 1 到 26 中任一项所述的方法固化所述涂料，而在所述
底层上产生一干涂料涂层。
29. 一种适于在建筑骨架填充板材和其它用于建筑业的钢金属产品的生
产中用作原材料的金属带，所述金属带具有用权利要求 1 到 26 中任一项所
述的方法固化的带有水的涂料的涂料涂层。
- 15 30. 一种用于在金属镀覆带上形成预定的干涂料涂层厚度的涂料涂层的
喷涂流水线，所述喷涂流水线包括：
(a)用于将带有水的涂料作为液体施加到金属镀覆带上而在所述带上形
成一涂料涂层的装置；和
(b)用于根据权利要求 1 到 25 中任一项所述的方法固化所述涂料而在所
20 述金属镀覆带上产生一干涂料涂层的装置。

快速固化带有水的涂料涂层的方法

5 技术领域

本发明涉及在底层上形成带有水(water-borne)的涂料涂层。

本发明特别(但决不是限制性的)涉及一种在底层上形成金属带形式的带有水的涂料的薄的装饰性和/或保护性的涂层。

10 背景技术

术语“带有水的涂料”在这里理解成指的是这样一种涂料,该涂料包括:(i)用作分散剂或载液的水;(ii)在水中分散和/或溶解的聚合材料(热固性的和热塑性的),例如聚合薄膜形成材料;(iii)在水中分散的一种或多种颜料和/或聚合材料;以及(iv)任选的添加剂,例如,润湿、分散和抗菌的药剂。

15 这里使用的术语“薄的”理解成指的是最大为60微米的涂层厚度。

一般地,本发明适用于喷涂的金属(包括钢、铝和其它有色金属和合金)带的生产,特别是喷涂的金属镀层钢带,这些金属带在建造骨架填充板材以及其它用于建筑业的钢产品、工具箱、车身和许多其它金属板料产品的生产中用作原材料。

20 装饰性和保护性的涂料涂层通常通过借助液体涂料敷料器(例如,辊涂机或幕涂机)用基于溶剂的和/或水基的涂料组分涂敷带而施加到金属镀层钢带,例如镀锌或ZINCALUME(注册商标)镀层的带卷。一般地,涂料包括在溶剂或水中分散和/或溶解的聚合薄膜形成材料、颜料和惰性填料。涂敷后的带从液体涂料敷料器站传送到烘箱(例如,热空气对流烘箱、感应烘箱或红外线烘箱),并且带受到加热以固化涂料。一般地,烘箱将涂敷的带加热到
25 固化温度,并将涂敷的带保持在该温度一预定时间。

重要的是,烘箱能够快速加热涂敷的带,使固化过程不限制喷涂流水线的生产速度。

30 同样重要的是,不需要允许更长时间范围的固化而减缓生产速度的大烘箱(并且因此昂贵)。

已经发现,带有水的涂料的固有局限是,这些涂料不能应用在薄膜厚度

的外涂层并快速固化,例如在烘箱中停留时间小于 20 秒,优选地小于 15 秒,而不产生质量问题。具体地,这种涂料的快速固化导致了得到的涂层中气泡形式的表面缺陷,这些表面缺陷是在固化过程期间由水在涂料中沸腾引起的。这些缺陷一般称为“水气孔(water boil)或溶剂气孔(solvent boil)”,在下文中称为“溶剂气孔”。

发明内容

本发明的目的是提供一种固化带有水的涂料的方法,这使带有水的涂料能够快速固化。

10 根据本发明,提供了一种固化带有水的涂料的方法,该涂料作为液体施加到底层上并在该底层上形成涂料涂层,该方法包括如下步骤:

(a)将镀覆的底层加热到一温度并将其保持在该温度,所述温度低于涂料中水的沸点,并使涂料中一定量的水气化,使得在随后的固化步骤后在所述底层上基本不存在涂料涂层的溶剂气孔(如这里描述的);和

15 (b)在随后的固化步骤中将所述底层加热到比步骤(a)中的气化温度高的温度并固化所述涂料。

申请人惊奇地发现上述 2 阶段固化方法可生产底层(例如,金属镀覆钢带),该底层在极短的时间内具有最少溶剂气孔的涂料涂层,在没有对生产速率有不利影响以及合理的资本成本的条件下,该方法是对就申请人已知的
20 现存喷涂流水线的可变选择。该 2 阶段固化方法也是作为部分喷涂流水线对不包括喷涂流水线的金属镀覆线的可变选择,这是本发明重要的应用。特别地,该 2 阶段固化方法无需用于设备的大量空间,这是对现有喷涂流水线和金属镀覆线改进的重要考虑。

25 这里使用的术语“固化”理解成涂料中热固性聚合材料和干热塑性聚合材料的交叉结合。

术语“涂料中水的沸点”这里理解成指的是涂料中液体的最低沸点。由于涂料中少量溶剂使沸点降低,因此“沸点”更像是溶剂/水共沸混合物的沸点,而不是纯水的沸点。

一般来说,本发明的方法通过在 2 阶段并优选地在 2 阶段之间的温度保持区快速加热(例如,用感应或红外线加热)涂层,而在无显著溶剂气孔的条件下可实现带有水的涂层的极快速固化。
30

温度保持区的目的是使气化和沸腾的过程易于分离，温度保持区应该是保持在稍稍低于水的沸点(即，在1个大气压下通常(mostly) $<100^{\circ}\text{C}$)。通过将薄且湿的带有水的薄膜保持在稍低于水的沸点，大部分水的释放是快速的，但受到仅在该保持部分中的气化过程的控制。以该方式，大多数的水释放掉，

5 在保持区结束时，涂层可经过水的沸点快速斜线上升到期望的峰值固化温度。

优选地，步骤(a)包括使所述涂料中的大量水气化。

术语“大量水”这里理解成涂料中的至少50%的重量的水。

优选地，步骤(a)包括使所述涂料中的至少60%的重量的水气化。

10 优选地，步骤(a)包括将所述温度保持在所述气化温度小于5秒。

优选地，步骤(a)包括将所述温度保持在所述气化温度1-5秒。

优选地，所述气化温度尽可能接近所述涂料中的水的沸点(如这里定义的)。

15 一般地，所述气化温度选择成比所述涂料中的水的沸点至少低 5°C -由于流水线操作原因，为避免涂料中水沸腾。

更一般地，所述气化温度低于所述涂料中的水的沸点 5 和 10°C 之间。

优选地，步骤(a)包括将所述镀覆的底层从较低的初始温度加热到所述气化温度。

20 优选地，步骤(a)包括在小于2秒内将温度从初始温度斜线升高至气化温度。

更优选地，步骤(a)包括在0.5-1.5秒内将温度从初始温度斜线升高至气化温度。

优选地，步骤(a)包括供给运动热空气，以易于所述涂料中水的气化。

优选地，步骤(b)包括在小于6秒内将所述底层加热至较高温度。

25 优选地，步骤(b)包括在小于4秒内将所述底层加热至较高温度。

特别优选地，步骤(b)包括在小于2秒内将所述底层加热至较高温度。

优选地，步骤(b)包括将所述底层从所述气化温度加热至 $180-260^{\circ}\text{C}$ 的峰值金属温度。

30 优选地，步骤(b)包括将所述底层从所述气化温度加热至 $190-260^{\circ}\text{C}$ 的峰值金属温度。

特别优选地，步骤(b)包括将所述底层从所述气化温度加热至 $210-260^{\circ}\text{C}$

的峰值金属温度。

优选地，所述涂料应包括尽可能高的固体装填。

优选地，所述涂料包括体积为 25-50%的固体(聚合材料和颜料)以及平衡液体、占多数的水。

5 优选地，所述方法包括在气化阶段(a)和固化阶段(b)中加热所述底层小于 10 秒。

更优选地，所述方法包括在阶段(a)和(b)中加热所述底层小于 8 秒。

更优选地，所述方法包括在阶段(a)和(b)中加热所述底层小于 6 秒。

10 优选地，所述方法包括使所述镀覆的底层连续通过一气化烘箱，并在所述气化烘箱中执行气化阶段(a)，随后使所述镀覆的底层通过一分离的固化烘箱并在所述固化烘箱中固化所述涂料。

更优选地，所述方法包括在所述气化烘箱中将所述镀覆的底层加热至所述气化温度，并使气化过程在所述镀覆的底层从所述气化烘箱传送到所述固化烘箱期间延续。

15 优选地，所述烘箱之间的间距以及所述底层在所述烘箱之间的运动速率选择成，使得在所述气化温度下有足够的时间实现所需的气化量。

优选地，所述底层是钢带，所述钢带在所述钢带上具有锌或锌/铝合金的镀层。

20 根据本发明，还提供了一种在底层上形成涂料涂层的方法，所述方法包括如下步骤：

(a)将带有水的涂料作为液体施加到一底层上而在该底层上形成一涂料涂层；和

(b)根据上述的方法固化所述涂料，而在所述底层上产生一干涂料涂层。

25 根据本发明，还提供了一种在底层上形成一涂料涂层的方法，所述方法包括如下步骤：

(a)在所述底层上形成一金属涂层；

(b)将带有水的涂料作为液体施加到金属镀覆的底层上而在该底层上形成一涂料涂层；和

(c)根据上述的方法固化所述涂料，而在所述底层上产生一干涂料涂层。

30 优选地，所述干涂料涂层厚度为小于 25 微米。

较优选地，所述干涂料涂层厚度为小于 20 微米。

较优选地,所述干涂料涂层厚度为小于15微米。

特别优选地,所述干涂料涂层厚度为小于12微米。

根据本发明,还提供了一种适于在建筑骨架填充板材和其它用于建筑业的钢金属产品的生产中用作原材料的金属(包括钢、铝和其它有色金属和合金)带,所述金属带具有用上述方法固化的带有水的涂料的涂料涂层。

根据本发明,还提供了一种用于在金属镀覆带上形成预定干涂料涂层厚度的涂料涂层的喷涂流水线,所述喷涂流水线包括:

(a)用于将带有水的涂料作为液体施加到底层上以及在金属镀覆带上形成涂料涂层的装置;和

10 (b)用于根据上述方法固化所述涂料并在金属镀覆带上产生干涂料涂层的装置。

附图说明

参照附图,通过示例的形式对本发明作进一步描述,附图中:

15 图1是示出在钢带上形成金属镀层并而后形成带有水的涂料涂层的生产线的流程图;和

图2是根据本发明的固化喷涂金属镀层带的2阶段方法的优选实施例的温度/时间曲线。

20 具体实施方式

下面参照图1,结合作为喷涂流水线的一部分的本发明的重要应用描述本发明,喷涂流水线用于在金属镀层钢带上形成一预定干涂料涂层厚度的涂料涂层。虽然这是本发明的重要应用,但要指出这不是唯一的应用。

25 参照图1,钢带从卷取机3上开卷并连续供给通过金属镀覆部分5、涂料敷料器部分7和固化部分9,以生产喷涂的金属镀层的钢带。

金属镀覆部分5可以是任何合适的构造,以在钢带的暴露表面上形成锌或锌/铝合金的镀层。

30 作为示例,钢带可用热浸镀方法镀覆,该方法包括使带通过一个或多个热处理炉,而后进入并通过容纳在镀覆罐中的熔融镀覆金属的电解槽(bath)。在该电解槽内,带在一个或多个导辊周围通过并向上从电解槽中取出。离开镀槽后,带通过镀层厚度站(例如,气体切割刀或气体擦拭站),在该镀层厚

度站，其镀覆表面受到用于控制镀层厚度的擦拭气体的喷射。

涂料敷料器部分 7 可以是任何合适的构造，用于将液体形式的带有水的涂料施加到钢带的至少一个表面上。

5 作为示例，涂料敷料器 7 可包括一个或多个液体涂料敷料器(例如，辊涂机或幕涂机)，这些液体涂料敷料器可在带上形成均匀的预先选定厚度的湿涂料涂层。

在本发明的优选实施例中，固化部分 9 包括两个隔开的感应烘箱 11、13，该两感应烘箱 11、13 能够根据图 2 中所示的温度/时间曲线加热由涂料敷料器 7 喷涂的金属镀层钢带，以生产具有预先选定厚度的干涂料涂层。

10 图 2 的曲线适用于最大为(包括)12 微米的干涂料涂层厚度。

具体地，这样喷涂的金属镀层带在上游烘箱 11 中加热 0.6 秒的时间，从初始温度 T_1 到气化温度 T_2 ，该气化温度 T_2 比涂料中的水的沸点至少低 5°C 。离开气化烘箱 11 的带在 3.23 秒后传送到下游烘箱 13，在此期间基本保持在气化温度 T_2 。在下游固化烘箱中带被加热到 210°C 的峰值金属温度 T_3 ，并保
15 持在该温度，以使涂料中的热固性聚合材料固化。带在固化烘箱中的停留时间为 2.13 秒。

申请人发现，在气化烘箱 11 中的加热期间以及随后在烘箱 11、13 之间的“保持”期间，存在来自涂料的足够的水蒸汽，从而至少基本避免在固化烘箱 13 中的涂料涂层的溶剂气孔。

20 在所有过程下，上述的温度/时间曲线使得在极短的总加热时间内能够生产高质量的喷涂金属镀层钢带。

参照下面的示例进一步描述本发明。

进行实验室研究以模拟对使溶剂气孔最少化具有影响力的变量的影响。

25 使用电阻加热器进行这些研究，以在板状金属面板上模拟带有水的涂层的快速固化。尺寸为 $300\text{mm}\times 125\text{mm}\times 0.42\text{mm}$ 并镀覆有 AZ150 级的 ZINCALUME[®] 金属涂层的基于钢的测试面板被喷涂，并通过不同的温度-时间循环被固化，在每个面板上使用焊接的热电偶来控制并监测所测试的固化循环。

30 使用最初为在风化试验后评定涂料中气泡而设计的体系来检查固化薄膜所出现的任何溶剂气孔，该体系在澳大利亚标准 AS1580.481.1.9(1991)中。该标准在附录 1 中的每个表中评定了气泡的密度和尺寸。该表格还包含等同

的、但不相同的评定系统作为交叉参考，该体系在 ASTM D714-87 中。在这些评定表格中，0 或 1-S1 的 AS 评定的涂层被视为实际上或事实上无溶剂气孔，而任何其它评定的涂层则视为具有不同程度的溶剂气孔。

5 由于可影响确定溶剂气孔/无溶剂气孔区域的变量数量，这里给出的示例是分组的，在这些组中一些有影响的变量被固定，如下面部分中所述的。

A 组示例

10 这些示例由 10 ± 1 和 12 ± 1 微米干薄膜厚度(dft)涂层产生；所测试的变量是保持温度的时间和其它影响因素；没有任何热空气帮助。具体参见附录 2(部分 A 和 B)。

附录 2 中，以下面的影响因素作为示例：

保持时间的影响(越长则对于防止溶剂气孔越好)

15 对于 12 微米干薄膜厚度(dft)的涂料 B，从 3.0s 保持时间的面板 12 和 13 以及 3.5s 保持时间的面板 16，到 2.5s 保持时间的面板 10，从无溶剂气孔到气孔的转变。

固体量的影响(越高对于防止溶剂气孔越好)

20 在面板 5 的条件下，较低的固体量涂料 C 出现了溶剂气孔，而在同样的条件下，另两个较高固体量的涂料 A 和 B 未显示出溶剂气孔，即，对于面板 3 和 4 未显出溶剂气孔。以相似地方式，带有涂料 C 的面板 17 显示出溶剂气孔，而对于带有涂料 B 的面板 16 的未显示出溶剂气孔。

保持温度的时间的影响(越长则稍有利于防止溶剂气孔)

25 比较均涂有涂料 A 的面板 9 与面板 6，越长的保持温度的时间显示出较小的有利效果。

薄膜厚度影响(更低的厚度对于防止溶剂气孔越好)

30 比较面板 17 和 18，使用带有相同固化循环的涂料 C，约 1 微米的较低干薄膜厚度的面板 18 未显示出溶剂气孔，而面板 17 显示出溶剂气孔。

比较直斜线温度-时间曲线

对于等同的涂料和干薄膜厚度的面板 19 和 20, 使用 6s 的直斜线上升到 210°C 出现了显著的溶剂气孔, 而使用 6s 的阶梯固化曲线的面板 16 和 18 未显示出溶剂气孔。

5 B 组示例

这些示例产生于 8-12 微米干薄膜厚度的薄膜, 研究不同的运动热空气参数对于带的影响以及一些其它影响。在这组结果中, 进行涂层的直斜线固化, 使得通过对喷涂的带施加运动热空气, 可说明对已知的显著溶剂气孔缺陷区域的改进。具体参见附录 3(部分 A 和 B)。

10 附录 3 中, 以下面的影响因素作为示例:

运动热空气对喷涂的带的影响(热空气帮助减小了产生溶剂气孔的倾向)

对于该表格中的每个测试面板, 当运动热空气施加到固化的涂层时, 相对于没有运动热空气帮助的控制条件下, 涂层的溶剂气孔的严重程度降低。

15 例如, 面板 4-7 得到了 3-S1 到 4-S2 的溶剂气孔评定, 大大低于对于同一干薄膜厚度的面板 3 的控制的 5-S2。

通过所检查的热空气温度和速度的范围, 并没有了解热空气速度对热空气温度的相对重要性。

20 薄膜厚度的影响(薄膜厚度越低对于防止/减少溶剂气孔越好)

在多数情况下, 较低的薄膜厚度涂层显示出显著降低的溶剂气孔率, 例如, 面板 18 对 19, 以及面板 22 对 23。

C 组示例

25 这些示例以固定固化循环时间产生 $12 \pm 1 \mu\text{m}$ 干薄膜厚度的涂层; 并且所测试的变量是不同的保持温度和不同的峰值固化温度(因此从保持温度到峰值固化温度的斜率); 没有热空气帮助。具体参见附录 4。

附录 4 中, 以下面的影响因素作为示例:

30 保持温度的影响(保持温度越高, 但低于 100°C, 溶剂气孔的最少化/防止程度越好)

可以看出, 保持温度在 80°C 时, 即使是在较低的斜率下溶剂气孔亦开始

增多，而在 90°C 或 95°C 时消失，除了斜率低于 100°C/s(96.7°C/s)以外。

斜率的影响(经过水沸点的转变越慢，溶剂气孔的最少化/防止越好)

- 5 如果所有的其它固化条件因素都保持恒定，则存在一临界斜率，超过该斜率，溶剂气孔开始产生。对于用在该表格中的这组固化条件以及 95°C 的保持温度，该临界值介于 83.3 和 96.7°C 之间的某一值。

D 组示例

- 10 这些示例以固定固化循环时间产生 $15 \pm 1 \mu\text{m}$ 干薄膜厚度的薄膜；并且所测试的变量是不同的保持温度和不同的峰值固化温度(因此从保持温度到峰值固化温度的斜率)；没有热空气帮助。具体参见附录 5。

附录 5 以下面的影响因素作为示例，与 D 组示例的影响因素极相似，仅是用于更厚的薄膜：

- 15 保持温度的影响(保持温度越高，但低于 100°C，溶剂气孔的最少化/防止越好)

可以看出，保持温度在 75 或 80°C，即使是在较低的斜率下溶剂气孔亦开始增多，而 90°C 或 95°C 时在观察到溶剂气孔之前，需要更高的斜率。

- 20 斜率的影响(经过水沸点的转变越慢，溶剂气孔的最少化/防止程度越好)

如果所有的其它固化条件因素都保持恒定，则存在一临界斜率，超过该斜率，溶剂气孔开始产生。对于用在该表格中的这组固化条件以及 95°C 的保持温度，该临界值介于 56.7 和 70°C/s 之间的某一值-这与上面 C 组的示例讨论中给出的 12 微米薄膜的同一示例相比，是显著降低的临界率。

- 25 在不偏离本发明的精神和范围的条件下，可对上述的本发明优选实施例做各种修改。

附录 1-溶剂气孔等级的评定系统

注:

(1)使用的该评定系统源于下面用于评定风化涂料薄膜的涂料气孔尺寸和密度的标准:

- 5 •AS1580.481.1.9(1991)-“涂层-受到风化-气孔的等级”。源于该标准的评定系统是用在结果表格中的系统

 •ASTM D714-87(再次核准 1994)-“涂料气孔的评定等级”。该评定系统在下面的表格中给出, 为更熟悉 ASTM 评定的人作交叉参考

10 表 1: 涂料薄膜气孔密度的评定

AS 等级	外观	ASTM 等级
0	无缺陷	10
1	极少缺陷	9
2	少量缺陷	8
3	中等缺陷	6
4	大量缺陷	4
5	稠密缺陷	2

表 2: 涂料薄膜气孔尺寸的评定

AS 等级	外观	ASTM 等级
S1	微观的-仅用 10 倍目镜可见	M
S2	可见的-用正常矫正视力可见	A
S3	可见的-1.0mm 直径	B
S4	可见的-2.0mm 直径	C
S5	可见的-大于 S4	D

附录 2-A 组示例：保持温度下不同时间的影响(主要)&其它影响

部分 A-测试条件总结

表注：

(1)用于薄膜制备的固定或变化的条件：

变量类型	参数	固定的或改变的	测试条件
(1)固化循环参数	(1-1)从环境温度到保持温度的时间	改变的	0.5, 1.0, 1.5 秒
(1)固化循环参数	(1-2)保持温度	基本固定的	90, 95 摄氏度
(1)固化循环参数	(1-3)保持温度的时间	改变的	2.0, 2.5, 3.0 秒
(1)固化循环参数	(1-4)从保持温度到峰值固化温度的斜率	基本固定的	76.7, 80 摄氏度/秒
(2)薄膜厚度参数	(2-1)涂料固体量	改变的	具有下面值的三种涂料
(2)薄膜厚度参数	(2-2)湿薄膜厚度(wft)	固定的	近似=dft×100/固体量
(2)薄膜厚度参数	(2-3)干薄膜厚度(dft)	改变的	10±1, 12±1 微米
(3)带上方运动热空气参数	(3-1)热空气温度	固定的	周围环境
(3)带上方运动热空气参数	(3-2)热空气速度	固定的	0 米/秒
(3)带上方运动热空气参数	(3-3)热空气方向	固定的	不适用的

(2)这里使用的三种涂料为：

涂料 A= 42.5%的固体量的灰色

涂料 B=42.5%的固体量的灰色

涂料 C=35%的固体量的灰色

(3)结果表格中的溶剂气孔评定使用附录 1 的等级

附录 2-A 组示例: 保持温度下不同时间的影响(主要)&其它影响
部分 B-结果


面板号	从 25°C 到保持温度的时间(秒)	固化循环温度-时间级别				涂料			干薄膜厚度(微米)	溶剂气孔评定
		保持温度(摄氏度)	保持温度的时间(秒)	到达最终峰值金属温度的斜线上升时间	最终阶段斜率(摄氏度/秒)	总循环时间(秒)	涂料	干薄膜厚度(微米)		
1	0.5	90	2.5	1.5s 到 210 摄氏度	80	4.5	A	10±1	>1-S1	
2	0.5	90	2.5	1.5s 到 210 摄氏度	80	4.5	B	10±1	>1-S1	
3	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	A	9.6	0 到 1-S1	
4	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	B	9.4	0 到 1-S1	
5	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	C	9.0	>1-S1	
6	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	A	10.1	>1-S1	
7	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	B	10.0	>1-S1	
8	0.5	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	C	8.8	>1-S1	
9	1.0	95	2.5	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	A	10.8	0 到 1-S1	
10	1.0	95	2.5	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	B	12.5	>1-S1	
11	1.0	95	2.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.0	B	12±1	>1-S1	
12	1.0	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.5	A	10.5	0 到 1-S1	


13	1.0	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.5	B	12.2	0 到 1-S1
14	1.0	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.5	B	12.5	0 到 1-S1
15	1.0	95	3.0	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	5.5	C	9.8	0 到 1-S1
16	1.0	95	3.5	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	6.0	B	13.1	0 到 1-S1
17	1.0	95	3.5	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	6.0	C	13.4	>1-S1
18	1.0	95	3.5	1.5s 到 210 摄氏度	76.7	6.0	C	12.6	0 到 1-S1
19	NA	NA	NA	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	NA	6.0	B	12±1	>1-S1
20	NA	NA	NA	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	NA	6.0	C	12±1	>1-S1

表注:

(1)涂料干薄膜厚度为 10±1 微米或 12±1 微米。然而当需要更高的准确度时,可获得在该表中记录的更准确结果的更多数据点

(2)认为不合格的溶剂气孔评定在表中用灰色阴影表示, 即:

 =可评定的涂层溶剂气孔

 =无涂层溶剂气孔

附录 3-B 组示例：带上方不同运动热空气参数的影响(主要)和其它影响

部分 A-测试条件总结

表注：

(1)用于薄膜制备的固定或变化的条件：

变量类型	参数	固定的或改变的	测试条件
(1)固化循环参数	(1-1)从环境温度到保持温度的时间	N/A	不适用
(1)固化循环参数	(1-2)保持温度	N/A	不适用
(1)固化循环参数	(1-3)保持温度的时间	N/A	不适用
(1)固化循环参数	(1-4)从保持温度到峰值固化温度的斜率	改变	3s 或 6s 内从 25 斜线上升至 210 摄氏度
(2)薄膜厚度参数	(2-1)涂料固体量	固定	具有下面值的一种涂料
(2)薄膜厚度参数	(2-2)湿膜厚度(wft)	固定	近似=df _t ×100/固体量
(2)薄膜厚度参数	(2-3)干膜厚度(dft)	改变	8±1,10±1,12±1 微米
(3)带上运动热空气参数	(3-1)热空气温度	改变	150 到 410 摄氏度
(3)带上运动热空气参数	(3-2)热空气速度	改变	0m/s 对 8 到 22m/s
(3)带上运动热空气参数	(3-3)热空气方向	固定	从涂层面 90 度施加

(2)这里使用的一种涂料是：

涂料 B= 42.5%的固体量的灰色

(3)结果表格中的溶剂气孔评定使用附录 1 的等级

附录 3-B 组示例：带上方不同运动热空气参数的影响(主要)和其它影响
部分 B-结果

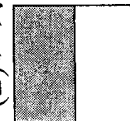
面板号	直斜线固化条件	热空气温度(摄氏度)	热空气速度(m/s)	干薄膜厚度(微米)	溶剂气孔率
1	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	NA	NA	12.2	4-S2
2	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	NA	NA	13.5	3-S3
3	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	NA	NA	12.0	5-S2
4	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	320	8.2	12.1	4-S2
5	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	362	9.1	12.6	3-S2
6	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	410	14.7	12.1	3-S2/4-S1
7	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	410	14.7	12±1	3-S1
8	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	NA	NA	9.5	4-S2
9	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	NA	NA	10.5	4-S2
10	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	410	14.7	9.7	3-S1
11	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	410	14.7	10.2	3-S1
12	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	220	12.4	7.7	2-S1/3-S1
13	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	220	12.4	9.7	3-S2
14	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	NA	NA	8±1	2-S1/3-S1
15	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	NA	NA	10±2	3-S2
16	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	220	12.4	8±1	2-S1

17	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	220	12.4	10±2	3-S1
18	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	217	15.4	8±1	2-S1
19	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	217	15.4	10±2	3-S1
20	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	150	20.1	8.5	2-S1
21	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	150	20.1	10.8	3-S2/4-S1
22	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	150	20.1	9.3	2-S1
23	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	150	20.1	10.6	3-S1
24	从 25 到 210 摄氏度 6.0s	215	21.9	9.5	2-S1
25	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	215	21.9	10.3	3-S2
26	从 25 到 210 摄氏度 3.0s	215	21.9	8.9	2-S1

表注:

(1)涂料干薄膜厚度为 8±1 微米, 10±1 微米或 12±1 微米。然而当需要更高的准确度时, 可获得在该表中记录的更准确结果的更多数据点

(2)认为不合格的溶剂气孔评定在表中用灰色阴影表示, 即:



=可评定的涂层溶剂气孔

=无涂层溶剂气孔

(3)NA=用作比较基准的控制面板, 该控制面板固化时, 没有运动热空气在湿涂层正上方。

附录 4-C 组示例: 不同保持温度&峰值固化温度/最终斜率的变化的影响

注:

(1)该页反映了施加以获得 12±1 微米干薄膜厚度的下面三种涂料的薄膜的薄膜气孔结果:

- 涂料 D=41%的固体量的灰色, 主要用在结果表格中, 并标记成(D)
- 涂料 E=43%的固体量的浅蓝色, 并在表格标记成(E)
- 涂料 F=50%的固体量的浅蓝色, 并在表格中标记成(F)

(2)使用的一般烘烤周期是:

0-0.6s, 25 摄氏度-初始保持温度

0.6-3.6s, 初始保持温度 - 轻微空气冷却保持温度

3.6-5.10s 轻微空气冷却保持温度- 峰值金属温度(摄氏度)

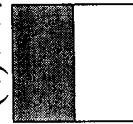
2s 空气冷却

10s 通风冷却

获得的实际保持温度和峰值金属温度在表中给出

(3)在结果表格中溶剂气孔评定使用附录 1 的等级

(4)认为不合格的溶剂气孔评定在表中用灰色阴影表示, 即:



=可评定的涂层溶剂气孔

=无涂层溶剂气孔

峰值金属温度(摄氏度)		140	160	180	200	210	220	240
初始保持温度(摄氏度)	120							
95						(D)1-S1 (E)1-S1 (F)1-S1	(D)1-S1	(D)2-S1
90		(D)1-S1	(D)1-S1	(D)1-S1		(D)1-S1		
80		(D)2-S1	1-S1/2-S1 (D)	(D)1-S1	(D)1-S1	(D)4-S2 (E)3-S1		

下面的表与上面的表相同，只是代替溶剂气孔评定，以摄氏度/秒示出最终循环阶段中的斜率，以便浏览：

峰值金属温度(摄氏度)		140	160	180	200	210	220	240
初始保持温度(摄氏度)	120							
95	16.7	30	43.3	56.7	70	76.7	83.3	96.7
90	20	33.3	46.7	60	73.3	80	86.7	100
80	26.7	40	53.3	66.7	80	86.7	93.3	106.7

附录 5-D 组示例: 不同保持温度&峰值固化温度/最终斜率的变化的影响

注:

(1)该页反映了施加以获得 15±1 微米 dft 的下面三种涂料的薄膜的薄膜气孔结果:

- 涂料 D= 41%的固体量的灰色, 主要用在结果表格中, 并标记成(D)
- 涂料 E=43%的固体量的浅蓝色, 并在表格标记成(E)
- 涂料 F=50%的固体量的浅蓝色, 并在表格中标记成(F)

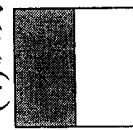
(2)使用的一般烘烤周期是:

- 0-0.6s, 25 摄氏度-初始保持温度
- 0.6-3.6s, 初始保持温度 - 轻微空气冷却保持温度
- 3.6-5.10s 轻微空气冷却保持温度-峰值金属温度(摄氏度)
- 2s 空气冷却
- 10s 通风冷却

获得的实际保持温度和峰值金属温度(PMT)在表中给出

(3)在结果表格中溶剂气孔评定使用附录 1 的等级

(4)认为不合格的溶剂气孔评定在表中用灰色阴影表示, 即:



=可评定的涂层溶剂气孔

=无涂层溶剂气孔

初始保持温度(摄氏度)	峰值金属温度(摄氏度)									
	120	140	160	180	200	210	220	240		
95		(D)1-S1 (E)1-S1 (F)0	(D)1-S1 (E)1-S1 (F)0	(E)1-S1 (F)0	(D)2-S1	(D)2-S1 (D)2-S1	(D)2-S1			
90		(D)1-S1	(D)2-S1	(D)3-S2						
80		(D)2-S1 (D)3-S2 (D)3-S2	1-S2/2-S1 (D)	1-S2/2-S1 (D)						
75				(D)3-S2						

下面的表与上面的表相同，但是示出了溶剂气孔评定，以摄氏度/秒示出最终固化循环阶段中的斜率，以便浏览：

初始保持温度(摄氏度)	峰值金属温度(摄氏度)									
	120	140	160	180	200	210	220	240		
95	16.7	30	43.3	56.7	70	76.7	83.3	96.7		
90	20	33.3	46.7	60	73.3	80	86.7	100		
80	26.7	40	53.3	66.7	80	86.7	93.3	106.7		
75	30	43.3	56.7	70	83.3	90	96.7	110		

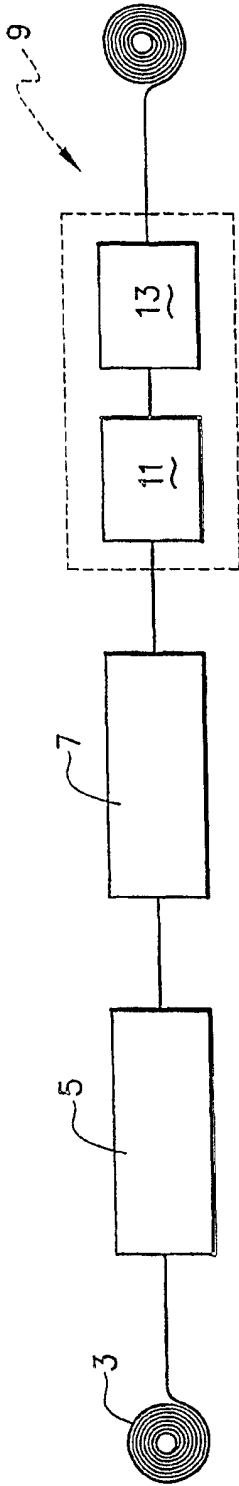


图 1

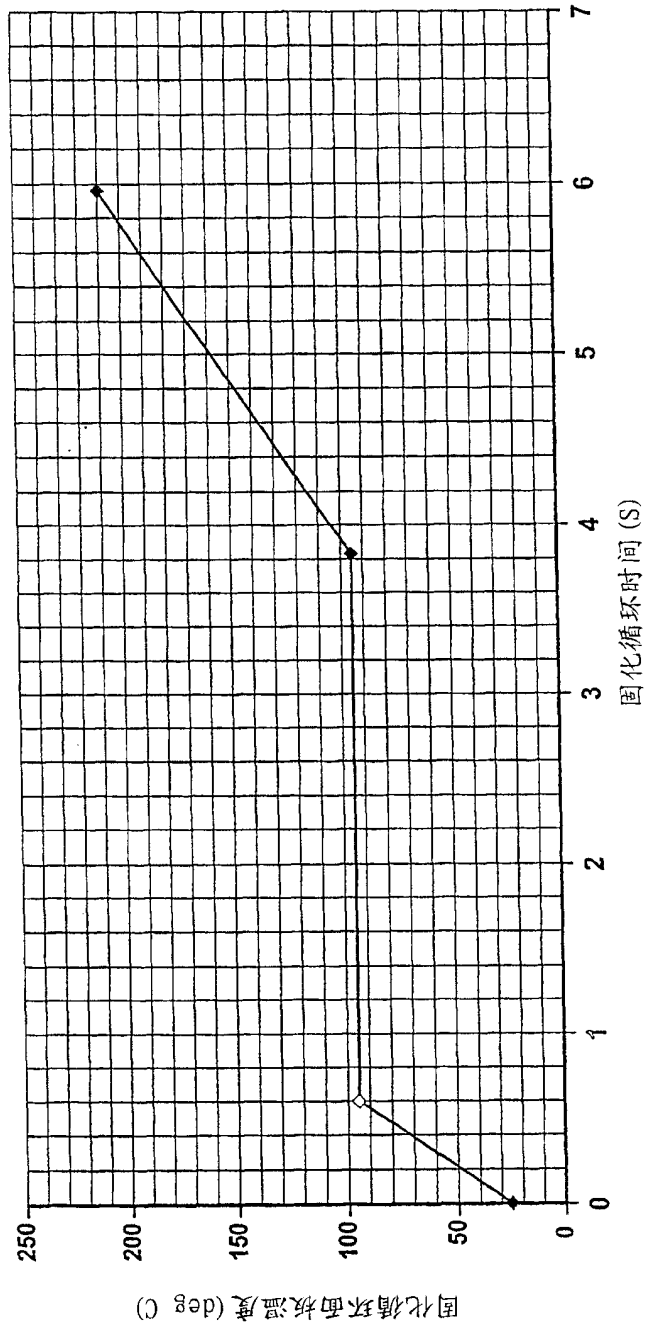


图 2