

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09D 5/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200680005224.5

[43] 公开日 2008年2月6日

[11] 公开号 CN 101120063A

[22] 申请日 2006.1.27

[21] 申请号 200680005224.5

[30] 优先权

[32] 2005. 2. 18 [33] US [31] 11/060,824

[86] 国际申请 PCT/US2006/002860 2006. 1. 27

[87] 国际公布 WO2006/091322 英 2006. 8. 31

[85] 进入国家阶段日期 2007. 8. 17

[71] 申请人 PPG 工业俄亥俄公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 J·M·费伦茨

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商
标事务所
代理人 龙传红

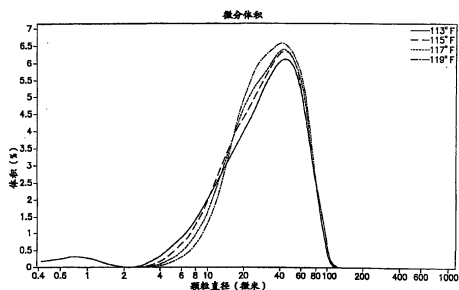
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

[54] 发明名称

粉末涂料组合物的粘结

[57] 摘要

含有片状颜色效果颜料颗粒和聚合漆基的涂料组合物的生产方法。该颜料组合物具有含细颗粒的初始尺寸。在混合和加热该颜料组合物至达到第二颗粒尺寸分布的温度后，初始颗粒尺寸分布中的细颗粒被粘结到颜料组合物的较大的颗粒上。可调节粘结该颜料组合物的时间和温度，以考虑该聚合漆基的化学性和所装载的片状颜色效果颜料。



1. 粉末涂料组合物的生产方法，包括下述步骤：
 - (i) 提供包含片状颜色效果颜料颗粒和聚合漆基的颜料组合物，所述的颜料组合物具有含有细颗粒的初始颗粒尺寸分布；
 - (ii) 混合并加热该颜料组合物至达到基本上不含有细颗粒的第二颗粒尺寸分布的温度；和
 - (iii) 冷却来自步骤(ii)的颜料组合物以生产该粉末涂料组合物。
2. 权利要求1的方法，其中所述的温度比所述的颜料组合物的 T_g 高大于 2°F 。
3. 权利要求1的方法，其中该温度比所述的颜料组合物的 T_g 高1-15%。
4. 权利要求1的方法，其中所述的细颗粒尺寸最高到5微米。
5. 权利要求1的方法，其中颗粒尺寸分布作为颗粒计数的函数而测定，所述的初始颗粒尺寸分布具有单峰和所述的第二颗粒尺寸分布具有双峰。
6. 权利要求5的方法，其中所述的初始颗粒尺寸分布的峰位于5-20微米之间和所述的第二颗粒尺寸分布的双峰位于10-50微米之间。
7. 权利要求1的方法，其中所述的片状颜色效果颜料颗粒包含金属片。
8. 根据权利要求1的方法制备的粉末涂料组合物。
9. 粉末涂料组合物的制造方法，包括下述步骤：
 - (i) 提供包含非漂浮型的颜料颗粒和聚合漆基的基料组合物；
 - (ii) 在升高的温度下混合该基料组合物；
 - (iii) 将片状颜色效果颜料颗粒加入到基料组合物中以生产颜料组合物，该颜料组合物具有含有细颗粒的初始颗粒尺寸分布；
 - (iv) 加热该颜料组合物至达到基本上不含有细颗粒的第二颗粒尺寸分布的温度；

(v) 在所述的温度下将在步骤 (iv) 中生产的颜料组合物混合预先确定的一段时间; 和

(vi) 冷却来自于步骤 (v) 的颜料组合物以生产该粉末涂料组合物。

10. 权利要求 9 的方法, 其中所述的温度比所述的颜料组合物的 T_g 高大于 2°F 。

11. 权利要求 9 的方法, 其中该温度比所述的颜料组合物的 T_g 高 1-15%。

12. 权利要求 9 的方法, 其中所述的细颗粒尺寸最高到 5 微米。

13. 权利要求 9 的方法, 其中颗粒尺寸分布作为颗粒计数的函数而测定, 所述的初始颗粒尺寸分布具有单峰和所述的第二颗粒尺寸分布具有双峰。

14. 权利要求 13 的方法, 其中所述的初始颗粒尺寸分布的峰位于 5-20 微米之间和所述的第二颗粒尺寸分布的双峰位于 10-50 微米之间。

15. 权利要求 9 的方法, 其中所述的片状颜色效果颜料颗粒包含金属片。

16. 粉末涂料组合物, 包含:

非漂浮型的颜料颗粒;

片状颜色效果颜料颗粒; 和

聚合漆基, 其中该粉末涂料组合物具有作为颗粒计数的函数而测定的颗粒尺寸分布, 该颗粒尺寸分布具有双计数峰。

17. 权利要求 16 的粉末涂料组合物, 其中所述的两种计数峰位于 10-50 微米之间。

18. 权利要求 16 的粉末涂料组合物, 其中所述的非漂浮型的颜料颗粒包含有机着色颜料或无机填料颜料, 或二者。

19. 包含涂覆有权利要求 16 的粉末涂料组合物的基材的制品。

20. 权利要求 19 的制品, 其中所述的基材是金属的。

粉末涂料组合物的粘结

发明领域

本发明涉及含有片状颜色效果颜料的粉末涂料组合物的生产方法，还涉及由此制备的涂料组合物。

背景技术

用于汽车末道漆或工业油漆的溶剂基涂料组合物一般包括聚合树脂基料，在其内分散有片状颜料例如金属片，以在涂料组合物中产生颜色效果例如金属光泽或因角变色。该金属片倾向于平行于所涂覆的基材的表面排列，由此展示出平坦的、反射性表面，当涂料干燥或被烘干后，这赋予涂料所希望的外观。

通过粉覆涂料方法能生产坚韧的耐磨涂料。然而，在粉末涂料组合物中排列片状颜料以达到类似于在溶剂基涂料组合物中所达到的那些颜色效果是有问题的。粉末涂料组合物通常通过静电喷涂来施涂。在静电喷涂过程中，将涂料组合物的组分（包括聚合树脂和添加剂）进行研磨以生产分散于气流中的粉末颗粒。分散的颗粒经过高压电场以使颗粒在其中获得静电荷。带电荷的颗粒被吸引到带电荷的基材上以在基材上产生细的粉末层。将该涂覆的基材加热到足以熔化该粉末涂料并使之流动的温度，并提供光滑的平滑的末道漆。

在将各组分熔融混合之前，通过混合金属片和树脂以及流动控制剂、固化剂、颜料、填料等来将金属片包括在涂料粉末中。然而，在研磨组合物以生产涂料粉末的过程中，该片经常显著地破碎，且由这样的涂料粉末得到的末道漆具有黯淡的灰色的外观。

增强金属的末道漆的外观的尝试集中在该片状颜料与聚合涂料粉末微粒的混合方法上。然而，在粉末涂覆工艺中，这类混合经常导致不一致的涂料。在静电涂覆工艺中，该涂料粉末经过喷枪喷涂，其中用高压电晕放电来建立电离场。当粉末颗粒通过该电离场时，它们变得带电

并被吸引到基材上，基材通常是待涂覆的金属制品。在回收系统中收集没有沉积到基材上的粉末并返回与新的材料混合用于再次施涂。当金属片仅与聚合涂料微粒混合时，该片没有带电到相同的程度或以与聚合涂料粉末微粒相同的速率沉积。经过一段时间（在这段时间内过量的喷涂被连续回收并与新的材料相混合），金属片变得更加集中于所喷涂的粉末中，相对于操作开始阶段喷涂得到的末道漆而言所得到的末道漆的外观有所改变。最后，增加的金属片的浓度会妨碍充电的机理。如果在电离场中粉末变得过于导电，静电枪会“短路”或导致爆炸。

对于生产含有片状颜料的粉末涂料组合物的这个问题的一种解决方案是将该片状颜料熔化或粘结到涂料组合物的基料树脂的颗粒上。通过将该片状颜料附着到树脂微粒上，在过量喷涂的涂料粉末被回收和再引入的过程中该组合物就时间而言没有显著地改变。相应地，所得到的末道漆就时间而言更均匀。

可通过高剪切混合来将片状颜料粘结在树脂颗粒上。然而，在高剪切环境下许多片状颜料易于破碎，由此片状形状被破坏或毁坏，以至于得到的粉末涂料组合物产生低质量的末道漆。

已经达到某些商业成功的可供选择的粘结的方法涉及在低的或中等的剪切混合下对片状颜料和树脂混合物进行受控的加热。根据这个方法，该粉末组合物被加热到刚好足以轻微软化树脂颗粒的程度以使该片状颜料颗粒能附着于其上。尽管已经证实升高温度增强了片状颜料与树脂颗粒的粘结，但这一常规颗粒要求粘结温度比基料树脂的 T_g 高出不超过 2°F 。通过控制粘结温度比基料树脂的 T_g 高出最大 2°F ，据信树脂开始软化但仍保持为微粒（未熔化），以使得与片状颜料的颗粒的粘结能发生而不失去树脂的微粒形式。

尽管可以使用这种仅仅基于基料树脂的 T_g 的覆盖方法获得一些成功，但它不能解释在粉末涂料的总组成（即，树脂、片状颜料、填料等）上的显著的差异。组合物的潜热吸收不仅由基料树脂而且由所有的组分决定。因此，仅仅基于基料树脂的 T_g 的粘合过程的控制不足以适用于所有的粉末涂料组合物。

因此，仍需要下述的涂料粉末的生产方法，当在过量喷涂的颗粒被回收和返回的工艺中使用各种基料树脂、片状颜料和填料时，该涂料粉末产生就时间而言一致的有光泽的金属感末道漆。

发明概述

本发明的含有片状颜色效果颜料颗粒和聚合漆基 (binder) 的粉末涂料组合物的生产方法满足了这种需求。该颜料组合物具有含有细颗粒的初始颗粒尺寸分布。混合并加热该颜料组合物至达到基本上不含有细颗粒的第二颗粒尺寸分布的温度。冷却该颜料组合物以生产粉末涂料组合物。在加热步骤中，将颜料组合物的温度升至比聚合粘合剂的 T_g 高出超过 2°F 。这个增加的温度可以是比聚合漆基的 T_g 高出 1-15%。在一个实施方案中，在初始颗粒尺寸分布中，该细颗粒的尺寸最大到 5 微米，基于该颜料组合物的总体积，细颗粒在颜料组合物中的存在量是 2-20% 或 4-8 体积 %。

在另一个实施方案中，当颗粒尺寸分布作为颗粒计数的函数被测定时，初始颗粒尺寸分布具有单峰 (mode)。完成加热和混合步骤后，颗粒尺寸分布转化成具有双峰的第二颗粒尺寸分布。初始颗粒尺寸分布的峰位于 5-20 微米之间，且第二颗粒尺寸分布的双峰位于 10-50 微米之间。该颜料组合物可以含有片状颜色效果颜料颗粒和其它在形状上是非漂浮型的颜料颗粒。该非漂浮型的颜料颗粒可以是有机的着色颜料或无机的填料颜料，并可以占该颜料组合物的总体积的 10-40 体积 %。

该片状颜色效果颜料可以是漂浮型的或非漂浮型的颜料，包括金属片例如铝或金属氧化物涂覆的云母。聚合漆基可以是热固性的组合物例如含有环氧基团的材料和固化剂。本发明也包括按照这些方法生产的粉末涂料组合物以及使用本发明的方法涂覆的基材。本发明特别适用于涂覆金属的基材例如汽车部件。

附图简述

图 1 是在升高的温度下处理的实施例 1 的环氧聚合漆基的体积颗粒尺寸分布图；

图 2 是在不同的持续时间下处理的实施例 1 的漆基的体积颗粒尺寸分布图；

图 3 是实施例 2 的不同的片状颜色效果颜料的体积尺寸分布图；

图 4 是在不同的持续时间下处理的实施例 2 的颜料和实施例 1 的聚合漆基的体积尺寸分布图；

图 5 是实施例 3 的组合物的总体 (populative) 颗粒尺寸分布图；

图 6 是在升高的温度下处理的实施例 4 的丙烯酸聚氨酯聚合漆基的体积颗粒尺寸分布图；

图 7 是在不同的持续时间下处理的实施例 4 的聚合漆基的体积尺寸分布；

图 8 是在不同的持续时间下处理的实施例 4 的聚合漆基的总体颗粒尺寸分布；

图 9 是根据本发明的方法再次粘结的工业粉末涂料 (coated) 组合物的体积尺寸分布图；和

图 10 是根据本发明的方法再粘结的汽车粉末涂料组合物的体积尺寸分布图。

发明详述

本发明涉及改进外观均匀性和在树脂粉末涂料中的片状颜色效果颜料的金属感效果的方法，传统上树脂粉末涂料是该片状颜料在粉末涂料的膜中不恰当取向以及非漂浮型的颜料和其它颜料在涂料中不均匀分布的产物。特别地，该片状颜色效果颜料（一般为金属）和树脂颗粒在密度和电导率上都有差异。在密度和电导率上的这些差异导致了其各自颗粒在常规粉末涂料中的不均匀分布。不仅颗粒的分离在施涂到基材上的粉末涂料中产生了不均匀的外观，片状颜料（一般是金属的）的单个离散颗粒的存在也为粉末组合物提供了在将粉末静电喷涂到待涂覆

的基材上的过程中产生放电（即火花）的机会。尽管此前将片状颜料粘结到聚合漆基上以改进得到的涂料的均匀性的尝试已经帮助并维持了该片状颜料的完整性和外观的均匀性，但这些方法并不足以控制既有金属颗粒又有树脂颗粒的粉末涂料组合物的组分的颗粒尺寸分布。本发明涉及生产粉末涂料组合物的方法，其中颗粒尺寸分布，特别是尺寸为5微米或更低的细颗粒的存在得以控制。

从含有片状颜色效果颜料颗粒和聚合漆基的颜料组合物来生产按照本发明的方法生产的粉末涂料组合物。该颜料组合物可以进一步包括其它非漂浮型的颜料例如有机着色颜料和或无机填料颜料。粉末涂料组合物中还可以包括其它常规的添加剂例如流化剂、润滑剂等。聚合漆基可以是与交联剂和或固化催化剂共同使用的热固性树脂。用于本发明的聚合漆基的适宜的树脂包括但不限于环氧树脂、聚酯树脂、聚氨酯树脂、环氧/聚酯混杂树脂和丙烯酸树脂。选择树脂以具有足够高的软化温度，从而防止树脂的微粒在运输和存储过程中烧结或熔化，但也要使该软化温度足够低以使树脂颗粒能在低于树脂和交联剂和/或固化催化剂的导致树脂基本固化的反应温度的温度下被熔融混合。通常，软化温度和熔点是树脂的单体和分子量的函数。

选择交联剂和/或固化催化剂使其适于所用树脂并仅在高于树脂的熔点的温度下提供基本上的固化。环氧树脂可以通过二氰胺或酸酐来固化。羟基官能的聚酯树脂可以用多官能的异氰酸酯固化以形成聚氨酯聚酯。酸官能的聚酯树脂可用异氰尿酸酯固化。环氧-聚酯混杂树脂可通过彼此反应来固化，和羟基官能的丙烯酸树脂可用多官能的异氰酸酯固化。足以实施固化的交联剂和或固化剂的量取决于所用的树脂的特定的化学性质和化学计量比，且可以是树脂的5-20 wt%。

用于本发明的片状颜色效果颜料一般是金属片例如铝片或金属氧化物涂覆的云母片或二者都有。本文中使用的片，其宽度与其厚度的比例（术语为纵横比）至少为2，并一般为10-2000。因此，片基本上是扁平结构的。铝片是普通的片状颜色效果颜料。可使用的其它的金属包括镍、青铜、锌和不锈钢。片状颜色效果颜料的重量相对于聚合漆基的

重量可以在宽范围内变动，它取决于许多因素，这些因素包括片状颜色效果颜料和聚合漆基的微粒的相对密度、所希望的末道漆、该片状颜色效果颜料是否应提供均匀的外表面例如镜状的表面，或片状颜色效果颜料是否提供某些侧重的性能例如闪光，和片状颜色效果颜料的厚度。在本发明的一个实施方案中，该片状颜色效果颜料占聚合漆基的重量的 0.5-20wt%，并可以占 1-5wt%。

用于本发明的颜料组合物具有初始颗粒尺寸分布，其中颗粒的尺寸一般在 0.5-100 微米之间。本发明包括生产粉末涂料组合物的方法，其中将在聚合漆基中含有片状颜色效果颜料颗粒的颜料组合物混合并加热以将颜料组合物的初始颗粒尺寸分布改变成基本上不含细颗粒的第二颗粒尺寸分布，本文中细颗粒定义为其尺寸最大为 5 微米。聚合漆基和片状颜色效果颜料在初始尺寸分布中都有细颗粒。在一个实施方案中，细颗粒在颜料组合物中的存在量是基于颜料组合物的总体积的 2-20 体积%，并且在颜料组合物的初始颗粒尺寸分布中的存在量可以是颜料组合物总体积的 4-8 体积%。

通过将颜料组合物加热到比聚合漆基的 T_g 高出超过 2°F 的温度，具有尺寸最大为 5 微米的细颗粒的初始颗粒尺寸分布转变成基本上不含细颗粒的第二颗粒尺寸分布。

在本发明的一个实施方案中，当颜料组合物的初始颗粒尺寸分布与第二颗粒尺寸分布相比时，初始颗粒尺寸分布具有单峰；而第二颗粒尺寸分布具有双峰，其集中在比该初始颗粒尺寸分布的单峰更高的颗粒尺寸上。根据这个在颜料组合物中存在于初始颗粒尺寸分布和第二颗粒尺寸分布中的颗粒的数目的总体分析，据信尺寸最大为 5 微米的细颗粒附着成更大的颗粒例如尺寸为 8-20 微米的颗粒，由此在颗粒尺寸分布的低端减少了颗粒的计数并对于附着成 8-20 微米尺寸的颗粒的细颗粒而言产生了新的峰（第二峰）。在本发明的一个实施方案中，初始颗粒尺寸分布的峰位于 5-20 微米之间。在加热和混合颜料组合物后，在该颜料组合物中的第二颗粒尺寸分布中具有 2 个位于 10-50 微米之间的峰。按这种方式，作为颗粒计数的函数而测定的颗粒尺寸分布的改变证

明片状颜色效果颗粒已粘结到聚合漆基上。在本发明的一个实施方案中，颗粒尺寸为双峰的第二尺寸分布可作为认为粘结已经实现的证据。在另一个实施方案中，第二颗粒尺寸分布不必为双峰的，只要它与第一颗粒尺寸分布是明显不同的即可。在这种情况下，以第二颗粒尺寸分布为证据确定实现了粘结。

颜料组合物中除了片状颜色效果颜料和聚合漆基以外，还可以包括其它非漂浮型的颜料颗粒。适宜的非漂浮型的颜料颗粒包括有机的着色颜料和无机的填料颜料，以及其它填料例如流动控制添加剂等。基于该颜料组合物的总体积，非漂浮型的颜料和其它材料可占粉末涂料组合物的10-20体积%。

按照本发明生产粉末涂料组合物的一个结果是包括非漂浮型的颜料颗粒、片状颜色效果颜料颗粒和聚合漆基的粉末涂料组合物。得到的粉末涂料组合物具有作为颗粒计数的函数而测定的颗粒尺寸分布，该分布与具有尺寸最大为5微米的细颗粒的初始颗粒尺寸分布有明显不同，并具有位于10-50微米之间的两个计数峰。本发明特别适用于涂覆金属的基材例如汽车部件或其它金属的工业部件例如电器部件。

本发明的方法和按照本发明制备的涂料组合物举例说明于下面的实施例中。下面的实施例仅仅是本发明的举例说明并不意图作出限制。除非另外指明，所有的份是重量份。除非以其它方式明确说明，此处所使用的所有数字例如表示值、范围、量或百分比的数字，均应读作在其前有“大约”这个词。此处所述的任何数值范围意指包括包含于其内的子范围。复数包含单数反之亦然。此处所用的术语“聚合物”指预聚物、低聚物和既指均聚物又指共聚物；前缀“聚”是指两个或更多。

为了实施本发明的方法，首先测定聚合漆基的起点 T_g （玻璃化转变温度）并确定通过升高聚合漆基的温度而除去聚合漆基的尺寸最大为5微米的细颗粒时所处的温度是有帮助的。 T_g 的起点是指在该温度下聚合物表现出聚合物的链段在聚合物分子内的链段活动性的聚合漆基的温度。低于该温度则聚合物的链段没有足够的能量来移动而越过

另一个链段，这个温度就是 T_g 。差示扫描量热 (DSC) 测定了作为温度的函数的热量输入。起点 T_g 是热流-温度的曲线图的转折点。在确定比聚合漆基的 T_g 高出超过 2°F 的适宜升温后，通过引入聚合漆基与片状颜色效果颜料的混合物以确定加热该含有聚合漆基和片状颜色效果颜料的颜料组合物以从颜料组合物中去除细颗粒所需的时间长度来测试粘结。通过确定适宜的操作温度 (高出 T_g 超过 2°F) 和用于特定的颜料组合物的时间长度，可通过可靠地使用这些预先确定的温度和时间参数来制备随后的涂料组合物。下面的实施例阐明这些方法。

实施例 1

通过 DSC 测定包含具有羧酸基团的聚酯和羟基烷基酰胺的反应产物的聚合漆基的起点 T_g 为 109°F 。根据常规的实践，这个起点 T_g 为 109°F 的聚合物的粘结应在 111°F 下实施，并且片状颜料将在这个温度下与该聚合物以根据经验确定的时间长度来混合。然而，在本发明中，在起点 T_g 和在高于起点 T_g 的温度 (例如比聚合漆基的起点 T_g 高出至多 15%) 下测定的基料材料的颗粒尺寸分布。

在下面的试验中，在 Plasmec 机械混合器中将该聚合漆基加热到高于起点 T_g 的温度持续 2 分钟并测定颗粒尺寸。如图 1 所示，在起点 T_g (109°F) 和在比起点 T_g 高 2°F 的温度 (111°F) 下的颗粒尺寸分布与在 113°F 的相同。然而，随着温度进一步提高，颗粒尺寸分布开始移动到有利于更大的颗粒的右侧。图 1 显示出漆基材料在温度 113°F 、 115°F 、 117°F 和 119°F 下的曲线。随着温度升高，颗粒尺寸分布发生变化。细颗粒 (尺寸为 5 微米和更低) 消失且颗粒尺寸分布的峰模式变窄。使用中点温度 (在本例中为 115°F) 并增加聚合漆基暴露在升高的温度下的时间来再次测试颗粒尺寸分布。图 2 显示了升至 115°F 的聚合漆基在 60 秒、600 秒和 1000 秒的颗粒尺寸分布。在加热前的聚合漆基的颗粒尺寸分布作为对照而显示。对于测试的样品，随着增加加热时间细颗粒 (5 微米或更小) 逐渐减少，且峰值颗粒尺寸增加同时颗粒尺寸分布峰变窄。虽然在温度下增加时间能有利地窄化和向上移动颗粒尺寸分布峰，一些

聚合物体系对过早的熔化是敏感的和/或与聚合漆基组合使用的片状颜色效果颜料不能经受长的混合时间。

实施例 2

对于生产根据本发明的粉末涂料组合物来说，片状颜色效果颜料的初始颗粒尺寸分布是重要的因素。可商购得到不同的尺寸的片状颜色效果颜料，其尺寸从非常低的 12 微米中值尺寸到非常高的 80 微米中值尺寸。图 3 是不同片状颜色效果颜料的颗粒尺寸分布。一般地，较厚的片状颜料加工弹性更大，且更细的颗粒尺寸的片状颜料加工弹性也更大。片状颜色效果颜料在混合和加热装置中承受粘结工艺的能力对于使粘结工艺最大化是至关重要的。如果片状颜色效果颜料易于被撕碎，则应该实施更短的更提高的温度粘结周期以便从基料树脂和片状颜色效果颜料中通过将那些细颗粒附着在更大的颗粒上或产生更大的颗粒而充分地除去细颗粒。在另一方面，如果片状颜色效果颜料在漆基中对于混合条件是相对有弹性的，则可在更低的温度下实施更长的粘结周期以达到所希望的结果。下面的实施例使用 Tufflake 铝片状颜色效果颜料，它来自于 Silberline Manufacturing Co., Inc. (Tamaqua, PA)，其中间的颗粒分布为约 19（如图 3 所示）且对于加工具有高耐受性。

实施例 3

实施例 1 的聚合漆基与实施例 2 的铝片状颜色效果颜料混合，铝的量基于聚合物和铝的总组合物的 8wt%。虽然图 1 的数据表明聚合物能被加热到 119°F，通过将铝颜料引入到聚合物混合物中，用于产生颜料组合物的温度上限甚至更高，取决于片状颜色效果颜料在颜料组合物中的浓度，可高出 5-7°F。在这种情况下，发现粘结温度为 123°F 是适宜的。如图 4 所示，在 60 秒时，许多细颗粒的减少显示出已经发生边缘的粘结，在 480 秒或更长的时间时，颗粒尺寸分布峰的变窄显示出已经发生极好的粘结。这个实施例说明了含有片状颜色效果颜料的颜料组合物的粘结温度比起点 T_0 高出的温度显著地超过 2°F。

虽然图 4 显示出经过粘结后在颗粒尺寸分布上的体积的移动，但图 5 表现了对于颗粒尺寸分布的大量分析。图 5 显示出在 120°F 下粘结 60、

180、240、300、480 和 540 秒在每一个颗粒尺寸处的颗粒的数目。示于图 4 的体积数据被大量的在粘结的组合物中的细颗粒所歪曲。尽管在这些组合物中有大量的细颗粒，但它们的体积占总体积的百分数是相对小的且在体积百分数上的改变虽可辨别但仍是轻微的。作为对比，对于具有特定颗粒直径的颗粒的数目的分析，如图 5 所示，更清楚地表明在本发明的粘结过程中实现了颗粒尺寸的转变。在不同的时间长度下处理的颜料组合物的颗粒计数展示出随着粘结时间的增加，颗粒尺寸分布由单峰的组成向双峰的组成的转变。这种作为颗粒计数的有效的基础而测得的颗粒尺寸分布从单峰向双峰的转变表明粘结过程是成功的，且表明粘结到聚合漆基上的细颗粒的量和从全部的组合物中被有效地除去的细颗粒的量。

实施例 4

使用丙烯酸-聚氨酯聚合漆基（经 DSC 测定具有 118°F 的起点 T_g ）重复实施例 1 和 2。将基于总颜料组合物的 3.5wt% 的片状颜色效果铝颜料加入到聚合物组合物中。图 6 显示了仅对聚合漆基的颗粒尺寸分布的体积的研究。随着温度升高，聚合漆基的双峰的性质和细颗粒的减少是明显的。这个数据表明细颗粒的粘结发生在比起点 T_g 高约 25% 的温度下。包含超过 16% 的低于 5 微米的细颗粒导致为了实现细颗粒的粘结需要高的温度。彻底的粘结被认为发生在 156°F。

图 7 是用 35% 的铝片状颜色效果填料处理的丙烯酸聚氨酯聚合漆基的体积颗粒尺寸分布。粘结温度是 156°F，在起点、120 秒和 240 秒时测试颗粒尺寸分布。根据体积分析，120 和 240 的记录图表明细颗粒被彻底除去。然而，如图 8 所示（为大量颗粒尺寸分布分析），与 120 秒相比，更多的细颗粒在 240 秒时被减少。因此，对于这个体系，推荐的粘结条件是 156°F 下进行 240 秒。

实施例 5

将含有聚氨酯（由含羟基基团的聚酯和异佛尔酮二异氰酸酯生产）的预先存在的工业粉末涂料组合物进行另外的加热处理以使在该产品

中任何残留的细颗粒发生再次粘结。在再次粘结之前对该工业粉末涂料的大量颗粒尺寸分布分析示于图 9，其具有单峰。将该工业粉末涂料组合物在实施例 1 的 Plasmec 机械混合器中加热。检测其起点 T_G ，然后将该组合物加热到比起点 T_G 高 2°F 增量，直到充分除去细颗粒。图 9 显示在再次粘结后，残留在该预先存在的工业粉末涂料组合物中细颗粒被除去。

用含有含羧酸基团的聚酯和羟基烷基酰胺的反应产物的常规汽车粉末涂料组合物重复该方法，根据常规实践在比 T_G 高 2°F 下进行粘结。将传统的汽车粉末涂料组合物加热到 120°F 进行再次粘结。如图 10 所示，以前粘结的汽车涂料组合物的单峰转变成双峰的颗粒尺寸分布。

这些在常规上被认为已经彻底进行的粉末涂料组合物的再次粘结的实施例表明，本发明能进一步去除细颗粒，并增加粉末涂料组合物中较粗的颗粒的分数，而不对最终产品造成任何不利的影晌。

对本领域技术人员来说，可以在不背离前述的描述所公开的概念的基础上对本发明进行改动。因此，在本文中详细描述的特定的实施方案仅为示例性的，并不对本发明的范围进行限制，它将给出所附的权利要求和它们的任何的和所有的等价物的最大宽度。

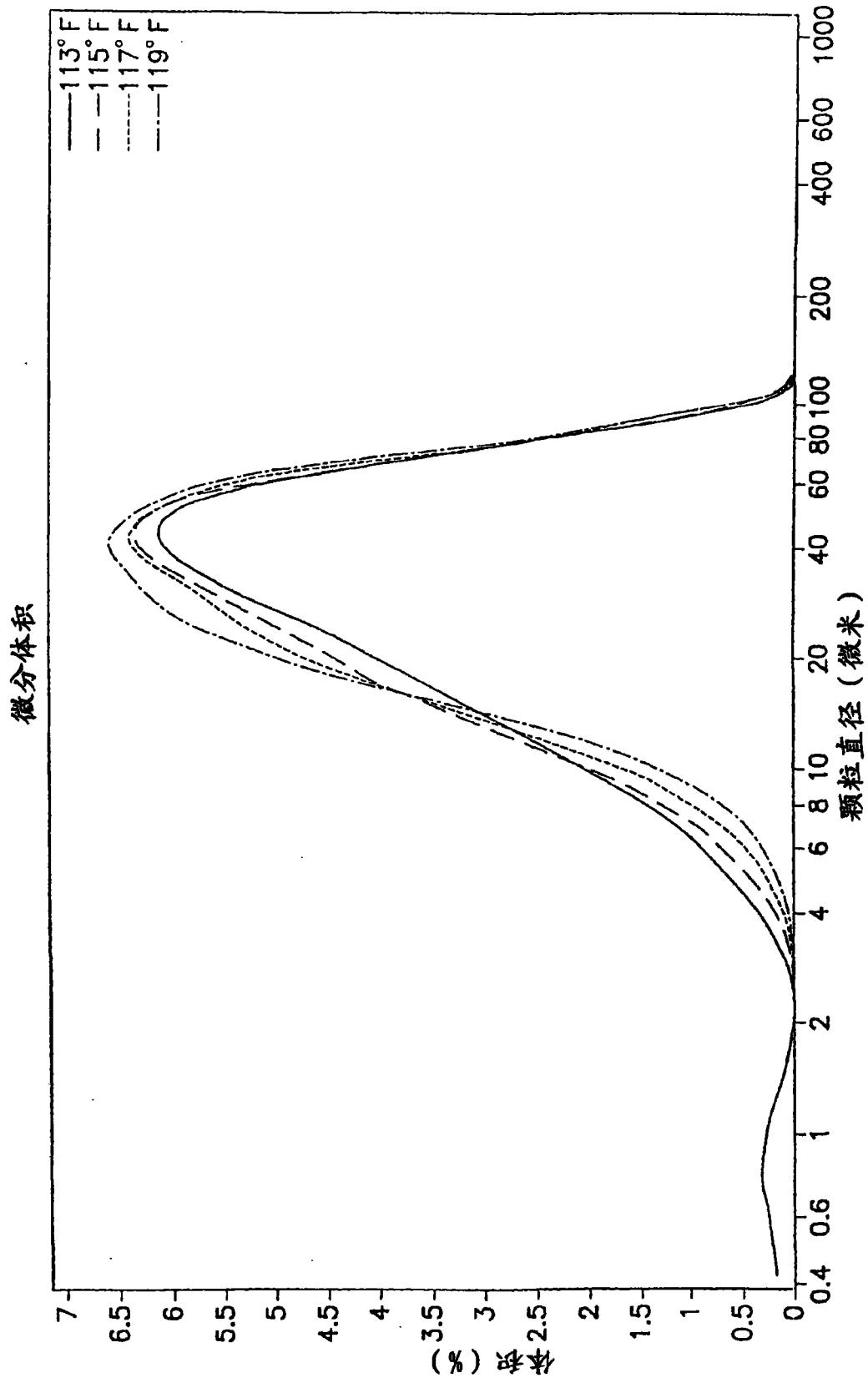


图1