



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년10월15일
 (11) 등록번호 10-0766690
 (24) 등록일자 2007년10월05일

(51) Int. Cl.

C09D 5/46 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2002-7017282
 (22) 출원일자 2002년12월18일
 심사청구일자 2006년05월22일
 번역문제출일자 2002년12월18일
 (65) 공개번호 10-2003-0011908
 공개일자 2003년02월11일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2001/017500
 국제출원일자 2001년05월31일
 (87) 국제공개번호 WO 2001/98421
 국제공개일자 2001년12월27일
 (30) 우선권주장
 09/598,666 2000년06월20일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌
 KR 10-1999-0082354 A
 EP 00-755986 A2

전체 청구항 수 : 총 19 항

(73) 특허권자

엔겔하드 코포레이션

미국 08830-0770 뉴저지주 아이셀린 피.오. 박스
 770 우드 애비뉴 101

(72) 발명자

바갈라, 조셉, 마이클

미국12533뉴욕주홈웰정선루트522035

빌, 쿠르트, 노만

미국12603뉴욕주포킵시만달레이드라이브76

(74) 대리인

김영, 주성민

심사관 : 유철중

(54) 개선된 분말 코팅 조성물 및 방법

(57) 요약

가수분해된 실란 커플링제 처리 표면과 함께 알루미늄 또는 알루미늄-세륨 산화물 코팅을 지닌 판형 안료를 분말 코팅 조성물의 안료로 사용한다. 이 안료와 분말상 도막 형성 중합체를 혼합함으로써 정전 코팅에 이용할 수 있는 도막 형성 중합체가 제조된다.

(81) 지정국

국내특허 : 중국, 일본, 대한민국, 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 케냐, 키르기스스탄, 북한, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니다드토바고, 우크라이나, 우간다, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투갈, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 탄자니아, 남아프리카, 그라나다, 가나, 감비아, 크로아티아, 인도네시아, 인도, 시에라리온, 세르비아 앤 몬테네그로, 짐바브웨

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비아, 짐바브웨, 모잠비크, 탄자니아

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기스스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스, 터키

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우

특허청구의 범위

청구항 1

입상 수지 담체 및 입상 안료의 혼합물을 포함하며, 상기 안료는 표면 위(上)에 존재하는 수화 알루미늄 산화물, 또는 수화 세륨 및 알루미늄 산화물 배합물의 제1 코팅물, 및 상기 제1 코팅물 위(上)에 존재하거나 또는 제1 코팅물과 혼합된 상태로 존재하는 가수분해된 실란 커플링제의 코팅물을 갖는 판상 금속 함유 안료인, 분말 코팅 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 실란 커플링제가 비-아미노 실란 커플링제를 포함하는 분말 코팅 조성물.

청구항 3

제2항에 있어서, 비-아미노 실란 커플링제가 알콕시 잔기를 함유하는 분말 코팅 조성물.

청구항 4

제3항에 있어서, 안료가 이산화 티타늄 코팅된 운모 또는 철 산화물 코팅된 운모인 분말 코팅 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 실란 커플링제가 트리메톡시실란 커플링제인 분말 코팅 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 실란 커플링제가 비-아미노 실란 커플링제 및 아미노 실란 커플링제의 배합물인 분말 코팅 조성물.

청구항 7

제1항에 있어서, 실란 커플링제가 알킬 알콕시 실란을 포함하는 분말 코팅 조성물.

청구항 8

제1항에 있어서, 안료가 이산화 티타늄 코팅된 운모인 분말 코팅 조성물.

청구항 9

제1항에 있어서, 안료가 철 산화물 코팅된 운모인 분말 코팅 조성물.

청구항 10

입상 수지 담체와 입상 안료를 건식 블렌딩하는 단계를 포함하며, 여기서 상기 안료는 표면 위(上)에 존재하는 수화 알루미늄 산화물, 또는 수화 세륨 및 알루미늄 산화물 배합물의 제1 코팅물, 및 상기 제1 코팅물 위(上)에 존재하거나 또는 제1 코팅물과 혼합된 상태로 존재하는 가수분해된 실란 커플링제의 코팅물을 갖는 판상 금속 함유 안료인, 제1항의 분말 코팅 조성물의 제조 방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 실란 커플링제가 비-아미노 실란 커플링제를 포함하는 것인 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 비-아미노 실란 커플링제가 알콕시 잔기를 포함하는 것인 방법.

청구항 13

제10항에 있어서, 안료가 이산화 티타늄 코팅된 운모인 방법.

청구항 14

제10항에 있어서, 안료가 철 산화물 코팅된 운모인 방법.

청구항 15

대전된 코팅 조성물을 반대로 대전된 기관과 근접한 위치로 이동시킴으로써 기관을 정전 코팅하는 방법에 있어서, 상기 코팅 조성물로서 제1항의 분말 코팅 조성물을 이용함을 특징으로 하는 방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 실란 커플링제가 비-아미노 실란 커플링제를 포함하는 것인 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 비-아미노 실란 커플링제가 알콕시 잔기를 함유하는 것인 방법.

청구항 18

제15항에 있어서, 안료가 이산화 티타늄 코팅된 운모인 방법.

청구항 19

제15항에 있어서, 안료가 철 산화물 코팅된 운모인 방법.

명세서

배경 기술

- <1> 각종 기관에 컬러 코팅을 도포하는 정전 도장방법은 잘 알려져 있다. 이 방법에 사용되는 조성물은 도막 형성 중 합체 및 원하는 색상의 안료(들)의 전기적으로 대전가능한 분말 혼합물이다. 그러나, 과거에는 분말 분무기를 이용한 도포용으로 이러한 분말 코팅 조성물을 제조하는 데는 판상 안료에 관련하여서 문제가 있었다.
- <2> 금속 재료로 된 판상 안료는 그 판상의 구조에 의해 최대의 외관 효과를 낸다. 이러한 판상 안료의 예에는 알루미늄, 브론즈 및 스테인레스 스틸판과 같은 금속 박편과 천연 또는 합성의 퍼얼 안료, 예를 들어 천연 퍼얼 또는 이산화 티타늄 코팅된 운모, 산화 철 코팅된 운모, 이산화 티타늄 코팅된 유리, 산화 철 코팅된 유리 및 철 코팅된 알루미늄 박편과 같은 금속 산화물 코팅된 기관이 포함된다. 이러한 금속 또는 퍼얼 안료의 판상 구조는 분말 코팅 조성물의 제조에 사용되는 압출 또는 분쇄 공정 중에 파쇄되어 결과적으로 얻어지는 코팅 외관의 광택효과가 줄어든다.
- <3> 당 업계에서는 상기의 문제점을 안료와 중합체 분말의 건식 블렌딩에 의해, 즉, 중합체 담체를 안료와 기계적으로 블렌딩함으로써 극복하려는 시도를 하였다. 그러나, 안료와 분말 입자가 보통 상이한 대전 크기를 나타내기 때문에 분말 코팅 조성물을 기관 상에 정전 분무할 때 컬러 시프트가 초래된다. 게다가, 그러한 용적의 분말 분무 조성물 중의 안료가 분말로부터 분리되어 기관에 부착되지 않는 경향이 있으며, 그후에 회수하여도 회수된 재료를 재활용하기가 어렵다.
- <4> 건식 블렌딩 방법으로 인한 문제를 극복하기 위하여, 분말 베이스와 안료를 혼합하고, 그 다음 분말 입자의 표면을 연화시키기에 충분한 온도로 가열하여 안료가 상기 입자의 표면에 결합할 수 있도록 하는 블렌딩 방법이 개발되었고, 미국 특허 제5,187,220호에 개시되었다. 이 방법은 코로나 정전 대전에 아주 적합하며 분말 과분사액을 재활용하는 데 있어서의 문제점을 해결할 수 있지만, 여전히 최종 혼합물에 두 개의 분명히 구별되는 표면이 얻어진다. 이 방법은 또한 트리보 정전 대전에는 그리 적합하지 않다.
- <5> 당분야에서의 상당한 발전이 미국 특허 제5,824,144호(이 거명을 통해 그 개시내용은 본원에 포함된다)에 기재되었다. 상기 문헌에 개시된 바와 같이, 점성의 중합체 표면층 또는 다른 점성 액상 재료가 구비된 금속 함유 판상 안료가 제공된다. 그렇게 처리된 안료를 분말 코팅 조성물과 블렌딩할 때 분말이 안료의 표면에 부착되어 색 분리를 최소화하게 된다. 또한 분말에 의해 안료가 캡슐화되어 단일한 표면을 제공한다. 분말 재료에 부착

되지 않는 상기 안료 입자에서의 더 우수한 대전 또한 실현된다.

- <6> 분말 코팅 조성물 중에 금속-함유 판상 안료를 사용하는 데 있어서의 중대한 문제점은 포함될 수 있는 안료의 농도가 제한된다는 것이다. 1회 도포 조건 또는 실험실에서는 약 10% 이하 또는 그 이상의 안료량을 사용할 수 있지만, 상업적으로 요구되는 더 큰 규모로 작업할 때는 농도가 약 3%로 제한된다. 약 3%를 초과하는 수준에서는 많은 문제가 발생한다. 문제로는 분사총 막힘, 패널 외관의 얼룩짐 및 색 분리 등이 있다.
- <7> 본 발명에서, 개선된 습도, 내성 및 전체적 내후성을 제공하는 외부 용도의 퍼얼 안료용으로 과거에 개발되었고 용매형 또는 수성 자동차 도료계, 예를 들어 컬러 하도 및 투명 상도와 같은 액상 코팅계에 사용된 처리법이 분말 코팅에서도 우수한 성질을 제공함을 밝혀내었다. 놀랍게도, 외부용 안료 처리법은 분말 코팅에 사용될 때 안료의 도포 특성을 개선한다. 이러한 개선에는 정전충 선단에서의 안료 퇴적이 적고, 공급라인을 통한 수송이 개선되며, 안료의 수송 효율이 개선되고 코팅 외관이 더욱 균일하다는 점 등이 포함된다.
- <8> <발명의 개요>
- <9> 본 발명은 개선된 퍼얼 안료 분말 코팅 조성물 및 분말 코팅 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 입상 수지 담체와 입상 안료와의 혼합물을 포함하며, 여기서 상기 안료는 수화 알루미늄 산화물 또는 수화 세륨 및 알루미늄 산화물의 제1 코팅 및 제1 코팅 상의 또는 제1 코팅과 혼합된 가수분해 실란 커플링제의 코팅을 갖는 판상 금속 함유 안료인 분말 코팅 조성물에 관한 것이다. 이 분말 코팅 조성물을 사용함으로써 개선된 분말 코팅 도포 방법을 제공한다.

발명의 상세한 설명

- <10> 본 발명의 분말 코팅 조성물은 안료를 하기 기재된 바와 같이 처리한 건식 블렌딩에 의한 정전 도포용의 통상적인 분말 코팅 조성물이다. 따라서 본 발명의 조성물 및 방법에는 지금까지 사용되어 온 임의의 공지 입상 수지 담체를 사용할 수 있다. 본 발명에서 사용되는 개선된 안료에 의해 안료 농도는 전형적으로 총 분말 중 약 8%에 이를 수 있다. 전형적으로, 안료는 원하는 효과에 따라 조성물의 약 1 내지 8%를 차지할 수 있다.
- <11> 본 발명의 안료는 판상이다. 즉, 판 모양의 안료이다. 이러한 판은 박편 형태의 알루미늄, 브론즈 또는 스테인레스 스틸과 같은 반사하는 금속으로 제조되거나 천연 또는 합성 퍼얼 안료일 수 있다. 천연 퍼얼 안료에는 천연 퍼얼이 포함되고 합성 안료에는 금속 산화물 코팅된 운모 안료, 금속 산화물 코팅된 유리 박편, 철 코팅된 알루미늄 박편 및 환원 티타늄 코팅된 운모 등이 포함된다. 상업적이 이유로 이산화 티타늄 및 산화 철 운모가 가장 흔히 사용된다. 그렇지만 본 발명에 따라 어떠한 판상 안료도 처리할 수 있다.
- <12> 금속 산화물 코팅된 운모 안료를 수화 알루미늄 산화물로 코팅하는 것은 공지되어 있다. 예를 들어 미국 특허 제5,091,011호에 기재되어 있으며, 이 거명을 통해 상기 문헌의 개시내용은 본 명세서에 포함된다. 요약하면, 안료를 물 중에 교반하여 분산시키고, 염화 알루미늄, 황산 알루미늄 또는 황산 칼륨 알루미늄과 같은 알루미늄 화합물 및 수산화 나트륨, 수산화 칼륨 암모니아 또는 우레아와 같은 중화제를 수용액으로 동시에 첨가한다. 결과의 가수분해에 의해 수화 산화물이 만들어져 기관 상에 침착된다. 기재된 바로는 알루미늄 화합물이 판상에 매끄럽고 연속적인 층으로 형성되기에 충분하도록 천천히 첨가하여야 하며 속도가 안료 1 그램당 약 0.03 내지 0.1 mg의 Al, 바람직하게는 약 0.005 내지 0.07 mg의 Al/분/안료 1 그램의 범위내이어야 한다. 안료의 총량을 기준으로 약 0.05 내지 1.2%의 알루미늄, 바람직하게는 약 0.1 내지 0.8%의 알루미늄을 함유하는 수화 알루미늄 산화물 함유 코팅을 생성하도록 소정량의 알루미늄 화합물이 사용된다. 알루미늄 농도가 약 1.2%인 안료는 더 낮은 농도의 경우보다 안정성 면에서 덜 효과적이다. 코팅의 침착 후에 생성물을 여과하고 물로 세척하고 임의 통상적인 온도에서 건조한다. 수화 알루미늄 산화물을 소성시킬 정도의 고온을 사용하는 것은 피해야 한다.
- <13> 안료를 수화 세륨 및 알루미늄 산화물의 배합물을 주성분으로 하는 코팅으로 코팅하는 것도 공지되어 있다. 예를 들어 미국 특허 제5,423,912호에 기재되어 있으며, 이 특허 문헌의 기재 내용은 이 거명을 통해 본 명세서에 포함된다. 요약하면, 세륨과 알루미늄이 안료의 표면 상에 쉽게 침전될 수 있는 액체 중에 안료를 분산시킨다. 이는 통상적이고도 바람직하게는 수 분산액이다. 분산액 중의 고체 안료는 일반적으로 약 5 내지 30%, 바람직하게는 약 10 내지 20%를 구성하며, 세륨 및 알루미늄은 각각 액상 매질에 가용성인 염의 형태로 분산액에 첨가된다. 다른 염도 사용될 수 있으나, 니트레이트 염이 바람직하다. 또한 안료의 중량을 기준으로 약 0.1 내지 1.5%, 보다 바람직하게는 0.2 내지 0.6%의 수산화 세륨 (세륨 중량%로 계산) 및 약 0.1 내지 1%, 보다 바람직하게는 0.2 내지 0.6%의 수산화 알루미늄 (알루미늄 중량%로 계산)을 침착시키는 것이 바람직하다. 염은 각각 어느 순서로든 슬러리에 첨가하여 침전시킬 수 있으며, 또는 바람직하게는 동시에 첨가하여 침전시킨다. pH를 약

5를 초과하는 수치, 바람직하게는 약 5.5 내지 7.5의 수치로 상승시킴으로써 침전을 제어한다. 침전 단계를 완료한 후에 처리된 생성물을 여과, 원심분리 또는 침강과 같은 임의의 편리한 수단을 통해 분산액과 분리하고, 세척하고 건조시킨다.

- <14> 본 발명의 알루미늄 처리된 또는 알루미늄-세륨 처리된 안료를 추가로 가수분해 실란 커플링제 또는 상기 커플링제들의 혼합물로 처리한다. 공지된 바와 같이 상기 커플링제는 유기 물질과 무기 물질 사이의 경계면으로 작용하여 둘 사이의 친화도를 증가시키는 화합물이다. 따라서 실란 커플링제는 일반적으로 규소에 직접 또는 간접적으로 결합된 유기 관능기 및 규소 관능기를 둘 다 갖는다. 규소 관능기는 일반적으로 알콕시기, 바람직하게는 C₁₋₄ 알콕시기이다.
- <15> 본 발명에 사용될 수 있는 실란 커플링제의 예에는 감마-(2-아미노에틸)아미노프로필트리메톡시실란, 아미노프로필트리메톡시실란, 감마-아미노프로필트리에톡시실란, 감마-(2-아미노에틸)아미노프로필메틸디메톡시실란, 감마-메타크릴옥시프로필메틸트리메톡시실란, 감마-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, 감마-글리시독시프로필트리메톡시실란, 감마-머캅토프로필트리메톡시실란, 비닐트리아세톡시실란, 감마-클로로프로필트리메톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 트리메톡시클로로실란, 감마-이소시아네이트프로필트리에톡시실란 등이 포함된다.
- <16> 실란 커플링제는 사용 시에 안료와 합해지는 임의의 유기 물질에 적합하도록 선택되어야 한다.
- <17> 안료를 실란 커플링제로 건조 또는 습식 혼합에 의해 처리한다. 예를 들어, 물 중의 또는 물과 유기 용매 중의 커플링제 수성 용액을 안료의 수성 슬러리에 첨가할 수 있다. 실란은 바람직하게는 예를 들어 커플링제를 물 중에서 적당한 시간 동안 교반함으로써 미리 가수분해한다. 혼합 시간 동안 가수분해를 시키는 것도 가능하다. 일반적으로, 처리 안료 100 중량부를 기준으로 약 0.1 내지 10 중량%, 바람직하게는 약 0.25 내지 5 중량 %의 실란 커플링제를 사용한다. 커플링제와 안료를 반응이 일어나기 충분한 시간 동안 합하며, 그 시간은 수분 내지 수시간 또는 그 이상, 바람직하게는 약 3 내지 24 시간일 수 있다. 그 후 처리된 안료를 여과, 원심분리 등과 같은 통상의 방식으로 회수할 수 있고 건조시킨다. 또한 필요하다면 알루미늄/세륨 처리와 커플링제 처리를 합하는 것도 가능하다.
- <18> 본 발명을 더 설명하기 위하여 다양한 실시예를 하기에 기재하였고, 이 실시예는 한정이지 않는다. 달리 명시되지 않는 한 이 실시예에서, 본 명세서 및 청구범위 전체에서, 모든 부 및 퍼센트는 중량비이며 모든 온도는 °C이다.

실시예

- <19> 53% TiO₂ 및 1% SnO₂를 함유하며 대체로 박판 길이 5 내지 50 μm인 청색 반사 TiO₂-코팅 운모 안료를 기재로 사용하였다. 분취량의 안료 (250 g)을 3 리터의 증류수 중에 분산시키고 60 °C에서 교반하면서 가열하였다. 염산을 이용해 pH를 5.5로 조정 한 다음 2.91% AlCl₃·6H₂O의 용액(3.3 mg Al/ml)을 4 ml/분의 속도로 57 분 동안 첨가하였다. 동시에, 3.5 % 가성 용액을 첨가하여 pH를 5.5로 유지시켰다. 15분 동안 교반한 후, 생성물을 여과하고, 증류수로 세척하고 110 °C에서 건조시켰다. 수화 알루미늄 산화물은 처리된 안료의 총중량을 기준으로 알루미늄을 0.3% 함유했다.
- <20> 알루미늄 표면 처리한 이산화 티타늄-코팅 운모 400 g을 증강용 바아가 장착된 V자형 텀블 블렌더에 넣었다. 감마-글리시독시프로필트리메톡시실란 10 g과 탈이온수 22 g을 1 시간 동안 교반하여 가수분해된 실란 커플링제를 제조하였다. 가수분해된 실란을 2.44 g의 양으로 블렌더 안에서 텀블링 중인 안료에 분사하고 약 20분 동안 강력 혼합하여 안료 상에 실란을 고르게 분포시켰다. 그 후에 이 조합을 2 시간 동안 방치하여 커플링제와 안료 사이의 반응이 완결되도록 하였다.
- <21> <실시예 2>
- <22> 안료가 적색-반사 산화 제1철 코팅된 운모 (40% Fe₂O₃)를 함유하며 대체로 박판 길이가 5 내지 40 μm인 것을 제외하고는 실시예 1의 절차에 따랐다. 염화 알루미늄 용액을 114 분에 동안 첨가하고, 여과, 세척 및 건조한 후 생성물은 0.6% 알루미늄을 함유하는 수화 산화물을 함유하였다.
- <23> <실시예 3>
- <24> 2% (3-글리시독시프로필)트리메톡시 실란 수용액을 아세트산을 이용해 pH 4로 조정하고, 60 분 동안 교반하였다. 실시예 1의 충분한 알루미늄 처리한 이산화 티타늄-코팅 운모를 상기 용액에 첨가하여 20%의 슬러

리 농도를 얻었으며, 그 동안 모두 슬러리를 교반하였다. 약 2.5 시간 후에, 안료를 수성 슬러리로부터 여과하여 회수하고 약 80 °C에서 16 시간 동안 건조하였다.

<25> <실시예 4>

<26> β-(3,4-에폭시시클로헥실) 에틸트리메톡시실란을 실란으로 사용한 것을 제외하고는 실시예 3의 절차에 따랐다.

<27> <실시예 5>

<28> 감마-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란을 실란으로 사용한 것을 제외하고는 실시예 3의 절차에 따랐다.

<29> <실시예 6>

<30> 감마-글리시딜옥시프로필 트리메톡시실란 및 옥틸트리메톡시실란의 혼합물을 실란으로 사용한 것을 제외하고는 실시예 3의 절차에 따랐다.

<31> <실시예 7>

<32> 실시예 1의 절차에 따라 수산화 세륨 및 실란으로 처리했고 퍼얼 외관을 갖는 이산화 티타늄 코팅된 운모 퍼얼 안료 8부를 블랙 폴리에스테르 분말 (RAL9005, 상표 코드 P3M5855 하에 H.B. Fuller에서 공급) 100부와 건식 블렌딩하였다. 폴리에스테르 분말과 안료를 혼합하고 5 분 동안 진탕하고, 먼저 30 메쉬 스크린을 통과시키고 이어서 60 메쉬 스크린을 통과시켜 수집된 물질을 추가로 5 분 동안 진탕하였다. 블렌드를 코로나 분사총을 이용하여 알루미늄판에 정전 코팅하고 판을 전기오븐 안에서 10 분 동안 경화시켰다. 결과의 판은 매끄럽고 균일한 외관을 나타내었고 분무총 노즐 선단에는 퇴적이 없었다.

<33> 비교 목적으로, 안료가 시판되고 있는 퍼얼 외관의 크롬 처리된 외부용 퍼얼 안료인 것을 제외하고는 상기 절차를 반복하였다. 이 경우에는 분무총 선단에 상당히 많은 안료 퇴적이 있었고 수득된 코팅은 외관이 덜 균일했고 색상이 더 어두웠다, 즉 판 상에 존재하는 안료의 퍼센트가 더 적다는 뜻이다.

<34> <실시예 8>

<35> 이송 효율을 측정하기 위해 고안된 다른 실험법으로, 실시예 7에 기재된 처리를 반복하였다. 코팅된 판을 베이킹하기 전에 판의 코팅 분말을 벗겨내어 이송 효율과 분무 전후의 평균 입도를 분석 측정하였다. 샘플 중의 안료량은 샘플을 태우고 잔류물의 중량을 정량적으로 측정해 결정하였다. 모든 안료가 판으로 이송되었다면 재중의 안료량은 건조 코팅 혼합물 중의 안료량과 동일할 것이다.

<36> 결과는 하기 표에 기재하였고 여기서 "베이스"는 안료가 없는 RAL9005를 의미하고, "Ce/Si"는 본 발명의 안료를 사용한 건조 블렌드 분말을 칭하고, "Cr 건조 블렌드"는 비교용의 크롬 처리 안료를 사용한 건조 블렌드 분말을 칭하고 "Cr 결합"은 분말 베이스와 안료를 블렌딩하고 안료가 분말 표면에 결합하는 연화점까지 가열하는 방법 (상기 미국 특허 제5,187,220호에 기재됨)을 크롬 처리 안료에 응용한 제품을 칭한다.

【표 1】

<37>

조성물	재 중의 안료%			평균 입도(μm)	
	분무 전	분무 후	이송 효율	분무 전	분무 후
베이스	-	-	-	42.3	44.1
Ce/Si	4.88	4.39	90	29.4	28.9
Cr 건조 블렌드	4.02	2.72	68	26.6	30.7
Cr 결합	3.83	3.29	86	26.6	30.2

<38> <실시예 9>

<39> 분말과 안료를 혼합한 후 분무 전에 5 분 동안 진탕하기만 한 것을 제외하고는 실시예 7을 반복했다. 본 발명의 퍼얼 안료를 사용함으로써 최종 분말에 유동성이 생겨 코팅 장비의 호퍼와 이송관에서의 유동이 용이해졌다. 분말은 이송관에 잔류 물질을 남겨 축적되는 일 없이 용이하게 흘러내려가는 것이 관찰되었다. 분무 중에도 안료는 분말과의 분리가 없었으며 변류기 상에 퍼얼 안료가 잔류하지도 않았다. 본 발명에 따른 처리를 하지 않은 다른 퍼얼 안료를 이용하여서는 퍼얼 안료가 변류기 상에 축적되어 주기적으로 막히거나 코팅되는 판에 옮겨가 얼룩과 결합을 야기하는 것이 관찰되었다.

<40> <실시예 10>

<41> 철 산화물 코팅된 운모 안료를 사용한 것을 제외하고는 실시예 7을 반복했다. 평활도의 개선이 관찰되었다.

<42> 본 발명의 기술적 사상과 범위 내에서 본 발명의 방법 및 물에 대한 다양한 변화와 변형이 있을 수 있다. 본 명세서에 기재된 다양한 실시양태는 본 발명의 설명을 목적으로 하는 것이지만 본 발명이 그 실시양태로 한정되는 것은 아니다.