



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 242 873 A5

 4(51) G 02 B 1/10
 B 05 D 5/06
 C 09 D 3/82

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	AP G 02 B / 286 746 7	(22)	04.02.86	(44)	11.02.87
(31)	P3503957.4	(32)	06.02.85	(33)	DE

(71)	siehe (73)
(72)	Aldinger, Werner, Dr. Dipl.-Chem.; Pöllmann, Richard, Dipl.-Ing.; Eisenmenger, Edith, DE
(73)	GfO Gesellschaft für Oberflächentechnik mbH, 7070 Schwäbisch Gmünd, DE

(54) Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten und Verfahren zu seiner Herstellung

(57) Die Erfindung betrifft Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten auf durchsichtigen Flächen aus Glas und Kunststoffen, insbesondere für Entspiegelungsschichten auf Bildschirmen, aus einem thermisch härtbaren Lack und einem feinteiligen Pigment auf Kieselsäurebasis, sowie ein Verfahren zur Herstellung des Beschichtungsmittels. Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines neuartigen Beschichtungsmittels, das lagerungsbeständig ist und haftfeste, abrieb- und chemikalienbeständige Entspiegelungsschichten liefert, die störende Reflexionen entscheidend mindern, ohne die Durchsicht wesentlich zu beeinträchtigen. Erfindungsgemäß wird zur Entspiegelung von Glas und durchsichtigen Kunststoffen ein Beschichtungsmittel verwendet, das aus einem Polysiloxanlack und einem Gemisch aus einer thermisch hergestellten Kieselsäure und einer hydrophobierten thermisch hergestellten Kieselsäure besteht.

Erfindungsanspruch:

1. Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten auf durchsichtigen Flächen aus Glas und Kunststoffen, insbesondere für Entspiegelungsschichten auf Bildschirmen, aus einem thermisch härtbaren Lack und einem feinteiligen Pigment auf Kieselsäurebasis, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Lack ein Polysiloxanlack und als Pigment ein Gemisch aus einer thermisch hergestellten Kieselsäure und einer hydrophobierten thermisch hergestellten Kieselsäure verwendet wird.
2. Beschichtungsmittel nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Polysiloxanlack Hydrolyseprodukte von Trialkoxysilanen und/oder Teilkondensate von Trisilanolen, gelöst in niederen aliphatischen Alkoholen, und gegebenenfalls kolloidales Siliziumdioxid enthält.
3. Beschichtungsmittel nach Punkt 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Feststoffgehalt des Polysiloxanlackes nach DIN 53216 20 bis 30% beträgt und aus kolloidalem Siliziumdioxid und Teilkondensaten von Trisilanolen besteht.
4. Beschichtungsmittel nach einem der Punkte 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß als thermisch hergestellte Kieselsäure eine im Lichtbogen bei etwa 3500°C oder durch Flammenhydrolyse bei 550°C bis 1250°C gewonnene Kieselsäure verwendet wird.
5. Beschichtungsmittel nach den Punkten 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kieselsäuren insgesamt in Mengen von 0,5 bis 15 Gew.-% im Lack vorhanden sind.
6. Beschichtungsmittel nach den Punkten 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß die hydrophobierte thermisch hergestellte Kieselsäure 5 bis 40% der Gesamtkieselsäuremenge ausmacht.
7. Beschichtungsmittel nach den Punkten 1 bis 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kieselsäuren eine Korngröße $\leq 1 \mu\text{m}$ besitzen.
8. Verfahren zur Herstellung von Beschichtungsmitteln aus Polysiloxanlacken und thermisch hergestellten Kieselsäuren gemäß den Punkten 1 bis 7, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kieselsäuren mit einem Teil des Lackes solange gemahlen werden, bis die Körnigkeit des pastösen Gemisches, gemessen mit einem Grindometer, einen Wert von $< 1 \mu\text{m}$ erreicht hat, und anschließend mit dem Rest des Polysiloxanlackes versetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten auf durchsichtigen Flächen aus Glas oder Kunststoffen, insbesondere für Entspiegelungsschichten auf Bildschirmen, aus einem thermisch härtbaren Lack und einem feinteiligen Pigment auf Kieselsäurebasis, und ein Verfahren zu seiner Herstellung

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bildschirmgeräte, wie sie in der Datenverarbeitung, in der Büroorganisation oder in der Computertechnik Verwendung finden, Fernsehbildschirme, Skalenabdeckungen an Phonogeräten, Instrumentenabdeckungen in Automobilen und sonstige durchsichtige Flächen aus Glas oder Kunststoffen weisen meist glänzende Oberflächen auf, von denen störende Lichtreflexionen ausgehen, die das visuelle Erkennen von Informationen erschweren und zu gesundheitlichen Schäden führen können. Es ist daher wichtig, solche Flächen zu entspiegeln, ohne daß die Durchsicht wesentlich beeinträchtigt wird.

Es ist bisher eine Reihe Methoden bekannt geworden, Bildschirme weitgehend zu entspiegeln. Eine Möglichkeit besteht im Aufbringen einer dünnen Schicht eines transparenten Lackes auf den Bildschirm. Die hierfür verwendeten Lacke sind jedoch nicht ausreichend beständig gegenüber dem chemischen und mechanischen Angriff von Putzmitteln.

In der EP-OS 1 02830 wird ein Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten beschrieben, das aus einem durch UV-Strahlung aushärtbaren Acrylatlack besteht, der ein feinteiliges festes Polyacrylat enthält. Solche Entspiegelungsschichten besitzen auf verschiedenen Unterlagen nur eine ungenügende Haftfestigkeit und sind auch nicht abriebbeständig genug.

Aus der EP-OS 85 190 sind Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten bekannt, die aus einem Firnis und Silikat oder eine Kieselsäure enthaltenden wäßrigen Dispersionen bestehen. Diese Beschichtungsmittel sind allerdings nicht lagerfähig, sondern dürfen erst unmittelbar vor ihrer Verwendung hergestellt werden.

Ebenfalls bekannt sind Lacke, in denen feine Teilchen aus Siliziumdioxid, Titandioxid oder Aluminiumoxid dispergiert sind (EP-OS 1 02830). Jedoch sind auch diese Entspiegelungsmittel nicht lagerfähig, da sich die Teilchen mit der Zeit absetzen und dadurch unterschiedliche Entspiegelungsschichten liefern.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines Beschichtungsmittels für Entspiegelungsschichten auf durchsichtigen Flächen aus Glas oder Kunststoffen, insbesondere für Entspiegelungsschichten auf Bildschirmen, aus einem thermisch härtbaren Lack und einem feinteiligen Pigment auf Kieselsäurebasis das lagerungsbeständig ist und haftfeste, abrieb- und chemikalienbeständige Entspiegelungsschichten liefert, die störende Reflexionen entscheidend mindern, ohne die Durchsicht wesentlich zu beeinträchtigen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Beschichtungsmittel für Entspiegelungsschichten zu entwickeln, das die gewünschten Eigenschaften aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung solcher Beschichtungsmittel.

Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß als Lack ein Polysiloxanlack und als Pigment ein Gemisch aus einer thermisch hergestellten Kieselsäure und einer hydrophobierten thermisch hergestellten Kieselsäure verwendet wird.

Vorzugsweise enthält der Polysiloxanlack Hydrolyseprodukte von Trialkoxysilanen und/oder Teilkondensate von Trisilanolen, gelöst in niederen aliphatischen Alkoholen, und gegebenenfalls kolloidales Siliziumdioxid. Besonders bewährt hat sich ein Polysiloxanlack, dessen Feststoffgehalt nach DIN 53216 20 bis 30% beträgt und aus kolloidalem Siliziumdioxid und Teilkondensaten von Trisilanolen besteht.

Die Feststoffbestandteile der Polysiloxanlacke enthalten zumindest zum Teil stets freie Hydroxylgruppen, über die sie bei Anwendung erhöhter Temperatur durch Kondensation vernetzt werden können. Die Zusammensetzung der im Lack vorhandenen Lösungsmittel muß dem jeweiligen Substrat (anorganische und organische Gläser) angepaßt werden, um eine gute Haftfestigkeit der Entspiegelungsschichten zu erzielen. Bevorzugt werden hierfür ein- und zweiwertige aliphatische Alkohole eingesetzt.

Vorzugsweise werden die thermisch hergestellten Kieselsäuren im Lichtbogen bei etwa 3500°C oder durch Flammenhydrolyse bei 550 bis 1250°C gewonnen. Nicht geeignet sind durch chemische Fällung erzeugte Kieselsäuren.

Diese thermisch hergestellten Kieselsäuren besitzen im Herstellungszustand BET-Oberflächen von 150 bis 330 m²/g und mittlere Primärteilchengrößen von 6 bis 40 nm. Die Sekundäraggregate weisen Durchmesser von 2 bis 15 µm auf.

Die erforderlichen hydrophoben Kieselsäuren werden vorteilhafterweise aus hydrophilen, durch Flammenhydrolyse erzeugten Kieselsäuren durch Umsetzung der Silanolgruppen mit beispielsweise Dimethyldichlorsilan hergestellt.

Die Kieselsäuren liegen im Polysiloxanlack vorzugsweise in Mengen von 0,5 bis 15 Gew.-%, insbesondere in Mengen von 1 bis 8 Gew.-% vor, wobei die hydrophobierte Kieselsäure 5 bis 40%, insbesondere 8 bis 30% der Gesamtkieselsäure ausmacht. Die hydrophobierte Kieselsäure ist dafür verantwortlich, daß die thermisch hergestellten Kieselsäuren im Polysiloxanlack ein gutes Schwebverhalten zeigen und damit ein Absetzen in Vorratsbehältern auch während längerer Verarbeitungszeiten verhindert wird.

Um eine deutliche Reduzierung der Spiegelreflexe als auch eine Beibehaltung der Bildschärfe und hohe Transmissionswerte bei guter Oberflächenglätte zu erreichen, muß die Kieselsäure in fein verteilter Form vorliegen. Bewährt haben sich Korngrößen < 1 µm, wobei die Körnigkeit mit einem Grindometer nach DIN 53203 gemessen wird.

Die Herstellung der Beschichtungsmittel erfolgt daher vorzugsweise derart, daß die Kieselsäuren mit einem Teil des Polysiloxanlackes solange gemahlen werden, bis die Körnigkeit des pastösen Gemisches, gemessen mit einem Grindometer, einen Wert von < 1 µm erreicht hat, und anschließend mit dem Rest des Polysiloxanlackes versetzt wird.

Vorteilhafterweise verwendet man hierzu ein Kugelmühle. Nach einer Dispergierzeit von 30 bis 50 Stunden erhält man Lacke, die Entspiegelungsschichten mit hoher Bildschärfe liefern.

Zur Erzielung hoher Leuchtdichten kann den Beschichtungsmitteln eine färbende Substanz zugesetzt werden, die außerdem so gewählt werden kann, daß eine optische Anpassung der Entspiegelungsschicht an die Farbe der Unterlage erfolgt.

Die Beschichtungsmittel können auf die zu entspiegelnden Unterlagen nach den üblichen technischen Verfahren aufgebracht werden, wie beispielsweise durch Tauchen, Fluten oder Spritzen. Zur besseren Verarbeitung kann dem Beschichtungsmittel noch eine Silikonharzlösung zugesetzt werden. Durch Erwärmen auf beispielsweise 80 bis 120°C entstehen Entspiegelungsschichten, die eine ausgezeichnete Reflexminderung unter Beibehaltung der Bildschärfe und eines hohen Transmissionswertes zeigen. Außerdem sind sie beständig gegen Säuren, Laugen und viele organische Lösungsmittel, wie Aceton, Xylol oder Isopropanol, besitzen antistatische Oberflächeneigenschaften und sind beständig gegen mechanischen Abrieb. Die Schichten haben normalerweise eine Dicke von 3 bis 10 µm.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einigen Beispielen näher erläutert.

Folgende Beispiele sollen das erfindungsgemäße Beschichtungsmittel näher erläutern:

1. In einer Kugelmühle wird eine Mischung aus 129,75 Gewichtsteilen eines Polysiloxanlackes (SICRALAN MRL), 14,70 Gewichtsteilen einer thermisch hergestellten Kieselsäure (TS 100) und 5,55 Gewichtsteilen hydrophobierter Kieselsäure (AEROSIL R972) mit ca. 400 g Porzellankugeln von ca. 1,5 cm Durchmesser während 50 Stunden bei 90 Umdrehungen pro Minute zu einer Paste dispergiert, die einen Grindometerwert < 1 µm aufweist. Aus 9,5 Gewichtsteilen dieser Paste, 89,5 Gewichtsteilen Polysiloxanlack (SICRALAN MRL) und 1 Gewichtsteil eines gelösten Silikonharzes (BYK 301) wird mit einem Flügelmischer (2000 U/min) in fünf Minuten eine Beschichtungsmasse hergestellt, die auf glasklare Acrylglasscheiben durch Tauchen aufgebracht, während 2 bis 3 Minuten abgelüftet und 60 Minuten bei 80°C getrocknet wird. Die Schichtdicke beträgt 6 µm.

Tabelle I zeigt einige Eigenschaften derart beschichteter und unbeschichteter Acrylglasscheiben.

Tabelle I

Eigenschaften	Acrylglas beschichtet	Acrylglas unbeschichtet
Reflektormeterwert (nach DIN 67530)		
20°	48,5	112
60°	76,5	143
85°	85,1	134
Transparenz (nach Länge, mit Grünfilter VG 9)	90,6%	92,5%
Abriebtest nach dem Taberverfahren (DIN 52347)		
Abriebzahl nach 100 Umdrehungen	7	32
Haftfestigkeit (DIN 53 151)	0-1	-
Alterungsbeständigkeit (Xenontest ohne Veränderung)	3 000 Stunden	-

2. In der gleichen Kugelmühle wie im Beispiel 1 wird eine Mischung aus 114,3 Gewichtsteilen eines Polysiloxanlackes (SICRALAN MRL), 25,95 Gewichtsteilen thermisch hergestellter Kieselsäure (TT 600) und 9,75 Gewichtsteilen hydrophobierter Kieselsäure (AEROSIL R972) während 40 Stunden mit 60 Umdrehungen pro Minute zu einer Paste mit einem Grindometerwert $< 1 \mu\text{m}$ dispergiert. 24,4 Gewichtsteile dieser Paste werden mit 74,6 Gewichtsteilen des Polysiloxanlackes und 1 Gewichtsteil einer Silikonharzlösung versetzt. Mit diesem Beschichtungsmittel wird ein organisches Glas auf Polycarbonatbasis beschichtet und die Schicht 1 Stunde bei 120°C getrocknet.

Die Tabelle II zeigt einige Eigenschaften derart beschichteter und unbeschichteter Polycarbonatscheiben, wobei die Werte analog Tabelle I bestimmt wurden.

Tabelle II

Eigenschaften	Polycarbonat beschichtet	Polycarbonat unbeschichtet
Reflektometerwert		
20°	13,3	102
60°	24,8	151
85°	83,4	151
Transparenz	86,0 %	90,5 %
Abriebtest	10	36
Haltefestigkeit	0–1	-
Alterungsbeständigkeit	1 000 Stunden	-

3. In einer Kugelmühle gemäß Beispiel 1 und 2 wird eine Mischung aus 129,75 Gewichtsteilen Polysiloxanlack, 14,70 Gewichtsteilen einer thermischen Kieselsäure (TK900) und 5,55 Gewichtsteilen einer hydrophobierten Kieselsäure zu einer Paste dispergiert, 16,0 Gewichtsteile dieser Paste mit 84 Gewichtsteilen Polysiloxanlack versetzt und dieses Beschichtungsmittel nach dem Homogenisieren auf Acrylglasscheiben aufgebracht.

Die Tabelle III zeigt einige Eigenschaftswerte

Tabelle III

Eigenschaften	Acrylglas beschichtet	Acrylglas unbeschichtet
Reflektormeterwert		
20°	44,0	112,0
60°	75,0	143,5
85°	89,5	134,5
Transparenz	91,0 %	92,5 %

4. Ein Beschichtungsmittel der Zusammensetzung gemäß Beispiel 1 wird auf ein anorganisches Glas aufgebracht und 60 Minuten bei 110 bis 120°C getrocknet. Die Schicht besitzt einen Gitterschnittkennwert nach DIN 53151 von 1.