[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int.Cl[6]
C01B 33/113

[12]发明专利申请公开说明书

[21]申请号 98125270.2

[43]公开日 1999年10月20日

[11]公开号 CN 1231989A

[22]申请日 98.12.11 [21]申请号 98125270.2
[30]优先权
[32]97.12.12 [33]DE [31]19755287.0
[71]申请人 德古萨-于尔斯股份公司
地址 德国马尔
[72]发明人 穆斯塔法·瑟拉伊
约亨·舍夫勒

[74]专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
代理人 于 辉

权利要求书2页 说明书23页 附图页数2页

[54]发明名称 沉淀二氧化硅

[57]摘要

本发明公开了一种沉淀二氧化硅,其具有下述物理化学参数:

按照DIN 66131测得的BET表面积,m^2/g 351—600

按照DIN 53601测得的DBP指数,% 300—360

碳含量%1—8

按照DIN 53194测得的压实密度,g/l 70—140

按照ISO 1524测得的细度,μm 15—50

用Malvern仪测量的粒度分布指数I〈1.0;

上述沉淀二氧化硅可用作大漆体系中的消光剂。

ISSN1008-4274

权　利　要　求　书

1、沉淀二氧化硅，其特征是具有下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	70-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0

粒度分布指数 $I=(d_{90}-d_{10})/2d_{50}$。

2、制备根据权利要求 1 的沉淀二氧化硅的方法，所述沉淀二氧化硅具有下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	70-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0

粒度分布指数 $I=(d_{90}-d_{10})/2d_{50}$

其特征在于，将具有下述物理化学性能的沉淀二氧化硅用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎，

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	340-380
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	180-220
>63μm 的“Alpine”筛渣，重量%	25-60。

3、一种用聚乙烯蜡乳液包衣的沉淀二氧化硅，其特征是具有下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	351-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
碳含量，%	1-8
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	70-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0。

4、根据权利要求 3 的用聚乙烯蜡乳液包衣的沉淀二氧化硅的制备方法，其特征在于，向具有下述物理化学特性的沉淀二氧化硅中加入聚乙烯蜡乳液：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	340-380
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	180-220
>63μm 的“Alpine”筛渣，重量%	25-60，

然后将混合物干燥，再使用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎。

5、根据权利要求 4 的方法，其特征在于沉淀二氧化硅是制备的，将滤饼在剪切力作用下液化，加入聚乙烯蜡乳液，将混合物喷雾干燥，并使用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎。

6、权利要求 1-3 的沉淀二氧化硅作为大漆体系中的消光剂的用途。

说　　明　　书

沉淀二氧化硅

本发明涉及一种沉淀二氧化硅，其制备方法和其作为消光剂的用途。

众所周知，合成的沉淀二氧化硅或硅胶可用作消光剂(DE-PS 24 14 478、DE-PS 17 67 332、DE-OS 16 69 123、DE-AS 15 92 865、DE-A 38 15 670)。

二氧化硅的消光能力取决于各种因素，例如，二氧化硅的类型、粒度、粒度分布、反射指数以及大漆体系。在二氧化硅中的二次粒子的形状和粒度分布具有特殊的重要性。

除了与未消光大漆膜相比，以光泽度降低表示的效果非常明显外，用作消光剂的二氧化硅在其它大部分需求上也令人满意。因此，例如，由于引入二氧化硅，应当不会不适当地使大漆体系增稠。以相当薄的大漆可产生光滑的大漆表面。必然可避免对表面质量存在有害影响的斑点。

DE-A 31 44 299 描述了沉淀二氧化硅和这些沉淀二氧化硅的制备方法，其特征是具有下述物理-化学性能：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	320-360

和

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	310-360
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	75-120
>63μm 的“Alpine”筛渣，重量%	<0.1

当制备这些二氧化硅时，使用 Alpine 横流粉碎机或气流粉碎机将产物进行粉碎，再喷雾干燥。在该文献中还表明，这些沉淀二氧化硅是用于大漆的有价值的高效消光剂。使用这些类型的粉碎机制备的沉淀二氧化硅的缺点是表面较粗，这是由于在最后的大漆中存在大的斑点。对于公知的沉淀二氧化硅而言，在黑色烘漆中的细度(grindometer value)(按照 ISO 1524)分别大于 100μm 和 85-90μm。因而，这些沉淀二氧化硅仅在有限程度上用作消光剂。

本发明的目的是制备一种无上述缺点的沉淀二氧化硅。

本发明的目的是提供一种沉淀二氧化硅，其特征是其下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	70-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0

$$\text{粒度分布指数 } I = (d_{90}-d_{10})/2d_{50}$$

本发明的另一个目的是提供一种制备本发明的沉淀二氧化硅的方法，所述沉淀二氧化硅具有下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	70-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0

粒度分布指数 $I=(d_{90}-d_{10})/2d_{50}$

其特征在于，具有下述物理化学性能的沉淀二氧化硅是使用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎的，

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	340-380
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	180-220
>63μm 的“Alpine”筛渣，重量%	25-60。

初始二氧化硅在文献 DE-A 31 44 299 中有述。

在本发明的一个实施方案(将在实施例中提到)中，可使用 ZPS 分级式粉碎机(Zirkoplex® Alpine Aktiengesellschaft D-8900 Augsburg)或 AFG 流化床逆流粉碎机。

在本发明的另一个方面，可以对本发明的沉淀二氧化硅粉碎后进行粒度分级以调节具体的颗粒成分。在本发明优选的实施方案中，沉淀二氧化硅的粒度分布如图 1 所示。

例如，可以使用 ATP Turboplex 精细粒度分级器(Alpine Aktiengesellschaft D-8900 Augsburg)进行分级。

本发明也提供一种用聚乙烯蜡乳液包衣的沉淀二氧化硅，其特征是具有下述物理化学参数：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	351-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	300-360
碳含量，%	1-8
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	7-140
按照 ISO 1524 测得的细度，μm	15-50
用 Malvern 仪测量的粒度分布指数 I	<1.0

这种沉淀二氧化硅可这样制备：

向具有下述物理化学特性的沉淀二氧化硅中加入聚乙烯蜡乳液：

按照 DIN 66131 测得的 BET 表面积，m^2/g	400-600
按照 DIN 53601 测得的 DBP 指数，%	340-380
按照 DIN 53194 测得的压实密度，g/l	180-220
>63μm 的“Alpine”筛渣，重量%	25-60，

然后干燥，再使用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎。

在本发明的一个实施方案中，沉淀二氧化硅可这样制备：在剪切力的作用下，将滤饼液化，加入聚乙烯蜡乳液，喷雾干燥，然后用分级式粉碎机或流化床逆流粉碎机进行粉碎。

优选以 DE-A 31 44 299 所述的沉淀二氧化硅作为本发明的二氧化硅原料。

本发明的沉淀二氧化硅具有下述优点：

本发明的沉淀二氧化硅具有突出的高消光效果，其它优点有：干燥大漆表面非常光滑、高度透明、对大漆的流变性(粘度)影响很小。

图 1 示出了经粒度分级的沉淀二氧化硅的粒度分布。

图 2 示出了本发明的沉淀二氧化硅与作为比较的 DE-A 31 44 299 中的沉淀二氧化硅的颗粒粒度分布。

实施例 1

将按照 DE-A 31 44 299 的实施例 1 制备的沉淀二氧化硅在来自 Alpine 公司的 ZPS 100 Zirkoplex® 分级式粉碎机中进行粉碎，改变生产量和加工参数如粒度分级器的旋转速度、粉碎生产量和粉碎气流等。表 1 给出了在黑烘漆中得到的实验参数、物理化学数据和油漆性能。

实施例 2

将按照 DE-A 31 44 299 的实施例 1 制备的沉淀二氧化硅在来自 Alpine 公司的 AFG 200/1 流化床逆流粉碎机中中进行粉碎，改变生产量和加工参数如粒度分级器的旋转速度、粉碎生产量和粉碎气流等。表 2 给出了在黑烘漆中得到的实验参数、物理化学数据和油漆性能。

实施例 3

将按照实施例 1c 或实施例 2c（见表 1 和 2）制备的沉淀二氧化硅在 ATP 50 Turboflex 精细粒度分级器中分级以得到更细和更粗的成分。表 3 给出了在黑烘漆中得到的加工参数、物理化学数据和油漆试验结果。

实施例 4（比较例）

将按照 DE-A 31 44 299 的实施例 6 制备的未粉碎的、喷雾干燥的二氧化硅在 UP 630 Alpine 横流粉碎机中粉碎。表 4 给出了所得产品的物理化学数据和油漆性能。

实施例 5（比较例）

将按照 DE-A 31 44 299 的实施例 9 制备的未粉碎的、喷雾干燥的二氧化硅在 MC 500 微粉碎空气喷射粉碎机中粉碎。表 4 给出了所得产品的物理化学数据和油漆性能。

实施例 1-3 制备的沉淀二氧化硅的效果和消光效能由黑烘漆进行测试。也评价了在反射角 60°和 85°下的 Lange 光泽值和 Hegman 细度。

B. Lange 光泽仪用于测量光泽度，其是所测消光二氧化硅消光能力的一种度量。B. Lange 光泽仪使用入射和反射角 60°和 85°。测得的光泽度以百分数表示。该值越低，则沉淀二氧化硅的消光能力越好。结果表明，为了达到相当特定的光泽度或特定的消光作用，必须使用较少的消光剂。

细度使用细度仪测量。细度用μm 值表示，它是在沉淀二氧化硅经搅拌而成为最终的可喷射大漆的混合物中发现的最大颗粒的一种度量。其与干大漆膜中斑点的产生有关，从而，使用细度仪(ISO 1524)可探测不希望的斑点或喷射颗粒。

使用扫描片断法可测量大漆膜表面的质量，所述方法是由 Hommelwerke 公司开发的，根据 DIN 4768/1、DIN 4762/1E 方法，以平均粗糙度(Ra)进行量度，根据 DIN 4768/1 法，以平均粗糙深度(RZD)进行量度。

所使用的黑烘漆具有下述组成：

	重量份数
碳黑糊，粘着性(tack 1)	8.0
Jagalyd R40，60%的二甲苯溶液	50.8
Maprenal MF 800，55%的丁醇溶液	25.9
Baysilone 油漆添加剂 OL 17，	2.0
1%的二甲苯溶液	
稀释剂	13.3
	100.0

稀释剂组成：

二甲苯	75.0
丁醇	10.0
乙氧基丙醇	15.0
	100.0

用桨式搅拌器以2000rpm的速度搅拌10分钟，将4g的沉淀二氧化硅搅拌形成100g的大漆。使用二甲苯(DIN; 4mm喷嘴)将混合物的粘度调节至流动时间20秒。

将这种大漆喷涂在金属片上得到约30μm厚的干层，经空气干燥，在180℃下烘烤30分钟。

实施例6

在两种其它试验大漆系统中，对按照实施例1a-c制备的沉淀二氧化硅、按照DE 38 15 670制备的沉淀二氧化硅以及市售产品(Nipsil 1009)的油漆性能进行测试。

CC大漆

	重量份数
Alftalat AN 950, 60% Solvesso 150/丁二醇溶液	29.30
Solvesso 150	2.60
二氧化钛Kronos 2059	33.60
Aerosil R 972	0.20
分散液：40小时 球磨KU 5, 60rpm,	
4900g Alubite珠19mm	
Alftalat AN 950, 60% Solvesso 150/丁二醇溶液	13.00

Maprenal MF 900, 100%	8.10
Maprenal MF 577, 50%丁醇溶液	0.80
丁二醇	2.00
Solvesso 150	2.90
二甲苯	6.70
DOW CORNING PA 57	0.60
对甲苯磺酸, 20%丁醇溶液	0.30
总计	100.00

使用前，将 3.2g 的消光剂分散于 150 重量份的大漆中，使用桨式搅拌器以 2000rpm 搅拌。

DD 大漆

	重量份数
CAB 381-0.5	0.3
乙酸丁酯, 98%浓度	11.0
乙酸乙氧基丙酯	16.5
Desmophen 800	15.0
Desmophen 1100	20.0
Mowilit, 50%的乙酸乙酯溶液	3.0
Baysilone-大漆添加剂	0.1
二甲苯	34.1
总计	100.00

首先，使用高速搅拌器，将 0.3 重量份的 CAB 381-0.5 小心地溶解于 11.0 重量份的乙酸丁酯(98.0%浓度)和 16.5 重量份的乙酸乙氧

基丙酯中。 然后，将其它组分按上面给出的次序加入，通过搅拌使混合物均质。

使用前，用桨式搅拌器使光泽大漆均匀。使用桨式搅拌器以2000rpm将消光剂(表6的用量)分散至100重量份的大漆中。在脱气15分钟后，加入50g的硬化剂Desmodur L 75，用桨式搅拌器以1000rpm均质2分钟。使用具有200μm缝口的刮涂机将混合物涂敷至一个经充分预清洗的玻璃块上，和一个黑色、高度光泽、涂漆的玻璃块上。

表5和表6分别给出了CC大漆与DD大漆的试验结果。为比较起见，将DE 38 15 670的沉淀二氧化硅及市售产品NIPSIL E 1009也一并给出。测得的数据比较可从表中获得。

表1

实施例	磨速度	分级器速度	分级器流量	生产能力	粒度 (Malvern)				细度	光泽度		平光光泽度	粗糙度		粘度	涂层厚度
	rpm	rpm	m^3/h	kg/h	d 4.3	d 10	d 50	d 90	μm	60°	85°		RZD	Ra	s	μm
1 a	10700	11000	175	10	8.34	4.48	7.03	12.89	23	23.8	72.0	48.2	2.27	0.27	36	30
1 b	10000	10500	180	15	9.76	4.53	7.11	15.84	27	21.8	70.3	48.5	2.37	0.28	36	30
1 c	10000	9000	200	30	9.34	4.52	6.03	13.87	28	24.7	67.9	43.2			34	28
1 d	10000	10000	145	15	9.97	4.27	6.78	16.13	33	26.0	73.4	47.4			38	29

表2

实施例	分级器速度	分级器流量	生产能力	粒度 (Malvern) (μm)				细度	光泽度		平光光泽度	粗糙度		粘度	涂层厚度
	rpm	m^3/h	kg/h	d 4.3	d 10	d 50	d 90	μm	60°	85°		RZD	Ra	s	μm
2 a	11000	150	20	6.49	3.74	5.95	9.7	23	16.6	66.4	49.8	2.24	0.28	36	40
2 b	11000	150	40	12.9	3.69	6.66	24.3	23	21.9	58.0	36.1	2.00	0.24	39	39
2 c	10000	150	20	11.5	4.99	8.47	17.9	27	16.6	58.8	42.2	3.24	0.42		
2 d	8000	150	30	12.2	5.76	11.5	19.5	39	15.6	43.8	28.2	4.30	0.55	36	42
2 e	11000	150	30	7.6	3.55	6.1	12.44	24	21.1	55.4	34.3				

表3

按实施例1C制备的分级的沉淀二氧化硅

实施例	成分	速度	分级器流量	生产能力	粒度 (Malvern)				细度	光泽度		平光光泽度	粗糙度		粘度	涂层厚度
		rpm	m^3/h	kg/h	d 4.3	d 10	d 50	d 90	μm	60°	85°		RZD	Ra	s	μm
3 a	细	16000	53	4.3	7.42	4.24	6.78	11.13	22	25.3	75.7	50.4			23	30
	粗				12.07	8.05	11.28	16.99	33	12.1	27.6	15.5			21	30
3 b	细	16000	66	2.0	6.84	3.95	6.30	10.11	23	26.2	74.9	48.7			23	30
	粗				11.18	8.26	10.93	14.45	33	12.3	26.4	14.1			21	30
3 c	细	13000	117	6.0	7.42	4.24	6.82	11.07	22	23.1	71.9	48.8	2.13	0.26	23	30
	粗				11.08	8.03	10.73	14.48	33	13.9	35.6	21.7			21	30

按实施例2C制备的分级的沉淀二氧化硅

实施例	成分	产率	分级器速度	分级器流量	生产能力	粒度 (Malvern)				细度	光泽度		平光光泽度	粗糙度		粘度
		%	rpm	m^3/h	kg/h	d 4.3	d 10	d 50	d 90	μm	60°	85°		RZD	Ra	s
4 a	细	85	13000		2.1	6.84	3.95	6.26	10.10	29	19.8	70.3	50.7	2.2	0.27	26
	粗	15				10.17	8.32	9.91	12.35	29	10.9	31.2	20.3			24
4 b	粗	66	16000		2.1	7.37	3.01	4.84	11.08	17	21.8	77.6	55.8			26
	粗	34				9.36	8.45	9.28	10.4	27	10.5	36.2	25.7			24

表4

	粒度 (um)				细度	光泽度		平光
	d 4.3	d 10	d 50	d 90	um	60°	85°	光泽度
比较例4	18.7	6.4	14.9	35.1	> 100	10.5	15.2	4.7
比较例5	12.8	3.4	6.2	20.7	85 斑点，空气泡	18.4	62.4	44.0

表5

CC 大漆

按照实施例	DE 38 15 670	1 a	1 b	1 c	NIPSIL E 1009
23℃时DIN流出时间（S）	140	149	148	135	118
涂层厚度（μm）	23	23	24	23	23
60° 反射值 (DIN 67530)	36.9	36.7	36.3	37.7	44.4
85° 反射值 (DIN 67530)	79.3	78.9	77.7	77.5	86.5
平光光泽度	42.4	42.2	41.4	39.8	42.1

表6

DD 大漆

按照实施例	DE 38 15 670	1 a	1 b	1 c	NIPSIL E 1009
消光剂加入量	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
23℃时DIN流出时间（S）	31	42	41	32	23
60° 反射值 (DIN 67530)	19.5	30	30.2	43.7	90.4
85° 反射值 (DIN 67530)	55.6	68.1	68.2	74.9	97.5
使用黄滤纸测量的Macbeth RD 918光密度值	2.12	2.31	2.17	2.16	2.3

实施例 7

在多种不同的大漆体系中测量了消光效果，其中每次均在相同的条件下进行大漆的制备和涂敷。

消光效率高意味着只需较少(浓度低)的消光剂来实现具体的光泽度(以 60°角测量（SiC）)。未知的消光剂的消光效率是以相对形式测量的，即通过与已知的消光剂进行比较而测得，从而，可避免在光泽度测量方面的变化(取决于大漆的制备与涂敷方式)。二氧化硅的粒度分布是一个重量的物理化学参数，也是影响二氧化硅消光效率的主要影响因素。基本上，可以看出，采用相同的沉淀方法，沉淀二氧化硅的消光效率会随粒径的降低而降低(反之亦然)。沉淀二氧化硅的细成分与粗成分相比具有较低的消光效率。

下面表中显示了在各种大漆体系中，本发明的沉淀二氧化硅具有较高的消光效率:

表7：在醇酸树脂/三聚氰胺树脂大漆中的试验

大漆体系：按照实施例2C的配方产品醇酸树脂/三聚氰胺树脂，它比Syloid ED 5具有更高的消光率，尽管该产品更细。进而，产品2a比Nipsil E 1009和Syloid ED3更有效。

按照实施例制备的产品	加入量	粒度 d4.3	粒度 d10	粒度 d50	粒度 d90	细度	光泽度 60°	光泽度 85°	平光光泽度	RZD 粗糙度 (A/M)	Ra 粗糙度 (A/M)	粘度	涂层厚度
	g		μm	μm	μm	μm						s	μm
1 + 3	4	12.32	6.58	11.48	18.83	32	16.0	43.0	27.0	3.43	0.46	34	32
1 + 3	4	11.85	5.99	10.90	18.70	34	16.0	46.0	30			37	32
2	4	12.22	5.76	11.53	19.50	40	16.4	45.0	28.6	4.30	0.55	36	42
OK 520	4			7.20		31	16.5	64.0	47.5	3.05	0.36	38	37
2	4	11.50	4.99	8.47	17.97	30	16.6	56.8	40.2	3.24	0.42	36	38
2	4	10.90	5.55	10.41	16.46	37	16.9	47.8	30.9			38	27
1	4	13.24	6.42	12.90	20.40	33	17.8	43.6	25.8			36	30
1 + 3	4	12.32	6.58	11.48	18.83	33	17.9	50.2	32.3	3.43	0.46	33	40
Syloid ED 5	4	10.47	6.30	9.56	16.82	32	18.7	51.0	32.3	3.65	0.46	32	41
1 + 3	4	8.65	4.50	8.37	13.19	25	19.8	61.9	42.1	2.80	0.35	37	32
1 + 3	4	8.85	4.50	8.37	13.19	25	21.0	63.0	42.0			34	40
1	4	11.37	5.81	10.95	17.12	34	21.5	55.2	33.7			35	28
1	4			7.10		27	21.8	70.3	48.5	2.37	0.28	36	
Syloid ED 3	4	6.04	3.62	5.54	8.88	21	22.0	73.0	51.0	2.03	0.24	35	34

按照实施例制备的产品	加入量	粒度 d4.3	粒度 d10	粒度 d50	粒度 d90	细度	光泽度 60°	光泽度 85°	平光光泽度	RZD 粗糙度 (A/M)	Ra 粗糙度 (A/M)	粘度	涂层厚度
	g		μm	μm	μm	μm						s	μm
Nipsil E 1009	4	7.92	4.34	6.97	12.51	27	22.0	70.0	48.0	2.44	0.28	38	32
OK 607	4	4.60		4.20		18	22.5	78.5	56.0	1.70	0.20	35	32
2 + 3	4	6.84	3.95	6.26	10.10	22	22.9	74.6	51.7	2.20	0.27	35	39
2	4	12.47	4.03	7.17	29.37	27	23.1	74.1	51.0	2.08	0.26	34	41
1	4	8.34	4.48	7.03	12.89	23	23.8	72.0	48.2	2.27	0.27	36	30
1	4	10.10	5.03	7.80	14.71	23	24.1	70.7	46.6			36	30
1	4	8.52	4.84	7.57	12.94	23	24.4	71.0	46.6			38	30
1	4	9.34	4.52	8.03	13.87	28	24.7	67.9	43.2			34	28
1 + 3	4	7.42	4.24	6.82	11.07	24	25.0	73.0	48.0	2.13	0.26	38	34

表8：在DD大漆中的试验

大漆体系：按照配方的DD大漆

比较例：Slyloid ED 3

产品	加入量 g	Malvern 值 d4. 3 μm	粒度 d10 μm	粒度 d50 μm	粒度 d90 μm	细度 (A/M) μm	光密度值	光泽度 60°	光泽度 85°	平光光泽度	粗糙度 RZD (A/M)	粗糙度 Ra (A/M)	粘度 s	涂层厚度 μm	大漆体系
2b	7.65	12.93	3.69	6.68	24.35	25	2.11	25.0	66.2	41.2	2.00	0.24	n.m.	ca. 40	DD
2d	8.00	12.22	5.76	11.53	19.50	40	2.16	24.7	40.3	15.6	4.30	0.55	32	ca. 40	DD
3c	8.2	7.42	4.24	6.82	11.07	22	2.12	25.0	65.6	40.6	2.13	0.26	53	ca. 40	DD
2a	8.24	6.49	3.74	5.95	9.70	24	2.11	24.5	59.7	35.2	2.24	0.28	55	ca. 40	DD
1a	8.41	8.34	4.48	7.03	12.89	25	2.08	25.0	60.9	35.9	2.27	0.27	n.m.	ca. 40	DD
沉淀二氧化硅	10.1	7.83	4.67	7.17	11.56	23	2.01	25.0	61.9	36.9	1.95	0.24	53	ca. 40	DD
Syloid ED 3	10.7	6.04	3.62	5.54	8.88	21	2.24	25.0	68.2	43.2	2.03	0.24	52	ca. 40	DD

表9：在DD大漆中的试验

大漆体系：按照配方的DD大漆

比较例：Nipsil E 1009

产品	加入量 g	粘度 d4.3 μm	粒度 d10 μm	粒度 d50 μm	粒度 d90 μm	细度 μm	光密度值	光泽度 60°	光泽度 85°	平光光泽度	粗糙度 RZD (A/M)	粗糙度 Ra (A/M)	粘度 s	涂层厚度 μm	大漆体系
2b	7.65	12.93	3.69	6.68	24.35	25	2.11	25.0	66.2	41.2	2.00	0.24	n.m.	ca. 40	DD
1a	8.41	8.34	4.48	7.03	12.89	25	2.08	25.0	60.9	35.9	2.27	0.27	n.m.	ca. 40	DD
Nipsil E 1009	11.3	7.92	4.34	6.97	12.51	27	1.96	25.0	60.5	35.5	2.44	0.28	35	ca. 40	DD

表10：在卷材涂料大漆中的试验

大漆体系：按照配方的卷材涂料大漆

按照实施例制备的产品	加入量	粘度 d4. 3	粒度 d10	粒度 d50	粒度 d90	细度	光泽度 60°	光泽度 85°	平光光泽度	粘度
	g	μm	μm	μm	μm	μm				s
HK 125	2.7		4.9	9.65	17.35	30	24.0	45.0	21.0	95
Syloid C 812	2		6.40	12.50	20.80	40	27.0	44.0	17.0	90
1	2	12.36	6.20	11.33	19.31	32	27.0	46.0	21.0	101
1	2	14.56	6.82	13.31	23.30	40	28.0	46.0	20.0	102
Lovel HSF	2		6.74	13.22	22.96	44	29.0	42.0	13.0	77

表11：在丙烯酸分散体（含水）中的试验

大漆体系：丙烯酸分散体（含水）（MB2399－134），来自Rohm and Haas公司

比较产品：AQ75N

产品名	加入量 g	细度 μm	光密度值	光泽度60°	光泽度85°	平光光泽度
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	0.25	41	2.5	69.3	92.3	23.0
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	0.5	41	2.4	56.1	87.0	30.9
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	0.75	41	2.28	44.7	82.0	37.3
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	1	41	2.17	30.4	73.4	43.0
按照实施例1b的沉淀二氧化硅	1	29	2.09	31.3	53.8	22.5
AQ 75N, 购自crosfield的市售产品	1	28	1.95	39.0	68.2	29.2
按照实施例1b的沉淀二氧化硅	1.5	29	1.89	18.1	35.2	17.1
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	1.5	41	1.82	18.7	59.5	40.8
AQ 75N, 购自crosfield的市售产品	1.5	28	1.91	31.9	61.0	29.1
按照实施例1b的沉淀二氧化硅	2	29	1.79	12.4	25.2	12.8
TS100, 购自DegussaAG的市售产品	2	41	1.8	15.3	66.0	50.7
AQ 75N, 购自crosfield的市售产品	2	28	1.89	27.7	53.3	25.6
AQ 75N, 购自crosfield的市售产品	2.5	28	1.87	21.3	51.5	30.2
AQ 75N, 购自crosfield的市售产品	4	28	-	12.2	35.8	23.6

使用来自 Malvern 公司的激光束衍射仪测量粒度。测量前，在搅拌及超声波下将二氧化硅分散于水中。然后，采用泵将这种二氧化硅分散液泵入仪器的光束通道(池)中。

平光光泽(sheen)是在 85°下测量的光泽度与 60°下测量的光泽度的差值。

粘度是使用 4mm 的 DIN 杯测量的。大漆的流出时间(以秒计)是按照 DIN 53 211 测量的。

简写说明:

CC 大漆:	卷材涂料大漆
DD 大漆:	Desmodur Desmophen 大漆
	Desmodur 是一种基于异氰酸酯的硬化剂
	Desmophen 是一种多元醇，作为粘合剂成分
	Desmodur/Desmophen 是由 Bayer AG 注册的商标名
CAB	乙酸丁酸纤维素
A/M	醇酸树脂/三聚氰胺大漆

实施例 8

用聚乙烯蜡乳液涂敷

按照 DE 31 44 299 的实施例 1 制备沉淀二氧化硅。将蜡乳液(相对于二氧化硅，5%蜡)加至已在剪切力的作用下液化的滤饼中(固含量 10.8 重量%)，然后剧烈搅拌 30 分钟。所用蜡乳液在高压釜中制备，所述高压釜可进行蒸气加热，并具有一个分散混合器。开始引入在约 100℃下的于 81.0 重量份水中的 4.8 重量份的烷基聚乙二醇醚(Marlowet® CFW)。然后，加入 14.2 重量份的低压聚乙烯蜡，加热至 130℃。在达到 130℃后，将分散混合器接通，进行分散 30 分钟。在此期间，将温度保持在 130-140℃。在关闭分散混合器后，冷却至

约 110℃，排出最终的乳液。

所采用的聚乙烯的特征如下：

平均分子量	1000
凝固点	100-104℃
滴点	110-117℃
密度(g/cm^3)	0.93

将以这种方式用蜡涂敷的二氧化硅悬浮液在快速干燥器(如喷雾干燥机)中通过雾化干燥(如两个流体喷嘴，2.8 巴大气压)。干燥后的产品在机械分级式粉碎机(ZPS 50 型，购自 Alpine 公司)中粉碎。表 12 给出了物化数据：

表12

		8a	8b
N_2 表面积	m^2/g	373	373
CTAB-表面积	m^2/g	333	333
DBP 吸收率	g/100 g	330	330
C 含量	%	3.4	3.4
pH		7.2	7.2
压实密度	g/l	106	87
粒度分布 (Malvern) （μm） d_{90}		26.25	12.28
d_{50}		14.85	8.21
d_{10}		6.91	4.66

表13：烷基三聚氰胺大漆

			比较例*）	
	8 a	8 b	OK 500	OK 520
在23℃ DIN流出时间（秒）	31	29	30	32
细度值μm	41	26	25	28
厚度μm	30	29	29	28
60°- 反射值 (DIN 67530)	11.0	17.3	19.0	21.0
85°-反射值 (DIN 67530)	24.3	42.9	69.5	76.9
平光光泽度	13.3	25.6	50.5	55.9

*） Degussa市售产品

表 14： DD 大漆

			比较例*）	
	8 a	8 b	OK 500	OK 520
在23℃ DIN中流出时间（秒）	23	27	29	30
加入的消光剂量（g）	8.5	8.5	8.5	8.5
60°- 反射值 (DIN 67530)	21.6	34.4	69.9	8.6
85°- 反射值 (DIN 67530)	33.2	67.4	88.2	32.5
平光光泽度	11.6	33.0	18.3	23.9
光密度值Macbeth RD 918 使用黄滤纸测量	2.12	2.32	2.31	1.69

*） Degussa 市售产品

图1

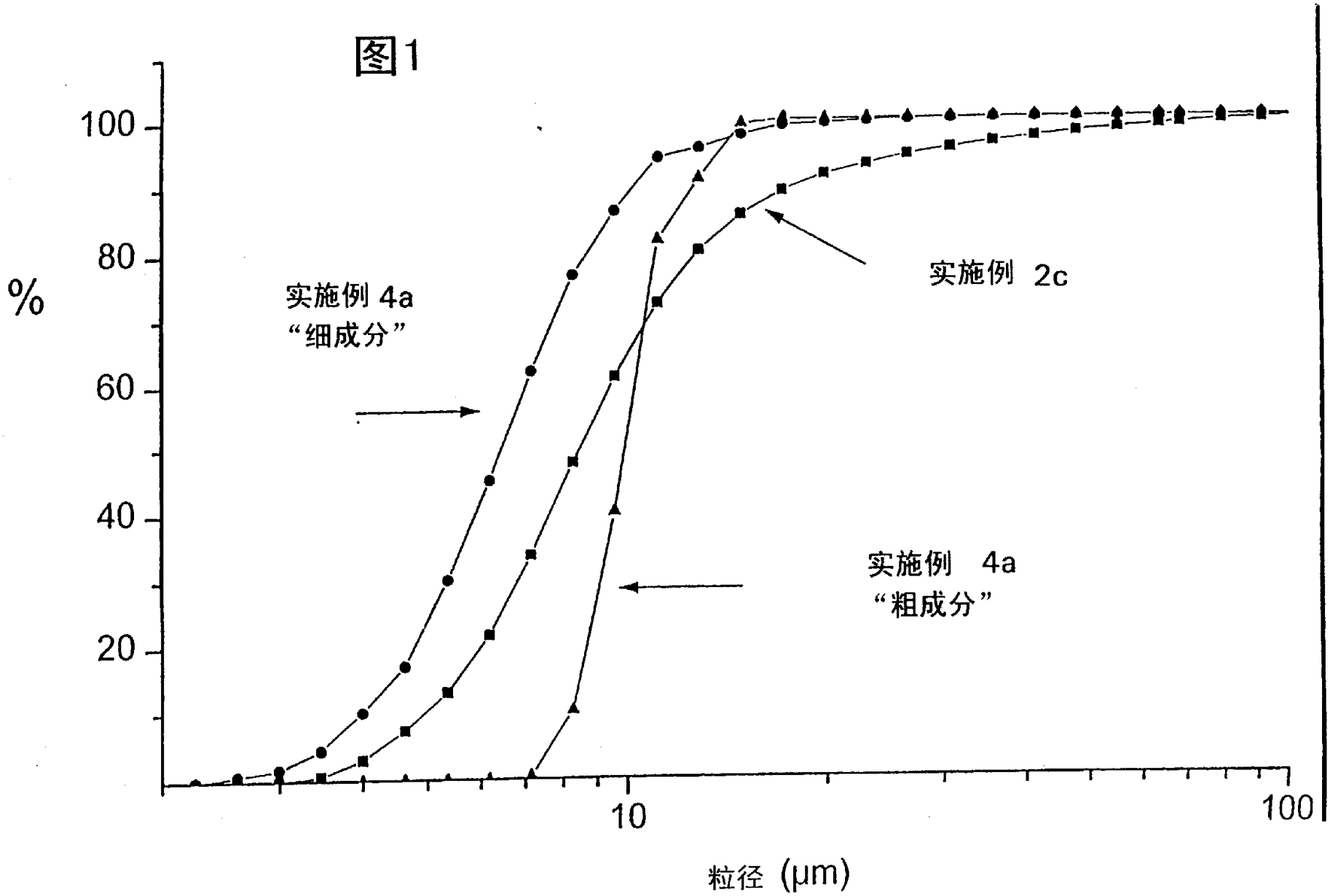

图2

