

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09C 3/10 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01805032.8

[45] 授权公告日 2006 年 8 月 23 日

[11] 授权公告号 CN 1271147C

[22] 申请日 2001.2.15 [21] 申请号 01805032.8

[30] 优先权

[32] 2000. 2.15 [33] DE [31] 10006538.4

[86] 国际申请 PCT/EP2001/001670 2001.2.15

[87] 国际公布 WO2001/060926 德 2001.8.23

[85] 进入国家阶段日期 2002.8.14

[71] 专利权人 颜料及油漆协会研究所

地址 德国斯图加特

[72] 发明人 T·沙乌尔 M·恩坦曼

C·D·艾森巴施

审查员 张海成

[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 吴亦华

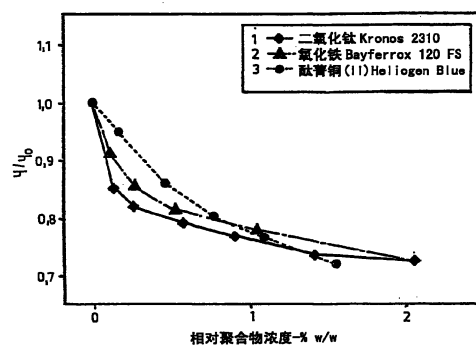
权利要求书 3 页 说明书 10 页 附图 2 页

[54] 发明名称

用 LCST 聚合物涂覆基质表面的方法

[57] 摘要

为了能够以这样的方式处理粒子，即它们作为分散于液态介质中，例如清漆中的粒子而被稳定化，因而提出了一种用 LCST 聚合物涂覆粒子的方法，该方法的特征在于下述步骤：a) 在低于 LCST 的温度下将一种 LCST 聚合物溶解于一种溶剂中；b) 将步骤 a) 所得的溶液与要涂覆的粒子混合；c) 提高步骤 b) 所得的混合物的温度至或超过该 LCST 聚合物开始沉积在粒子表面上的温度。



1. 一种用LCST聚合物涂覆粒子的方法，其特征在于下列步骤：
 - a) 在低于LCST的温度下将一种LCST聚合物溶解于一种溶剂中；
 - b) 将步骤a)所得的溶液与要涂覆的粒子混合；
 - c) 提高步骤b)所得的混合物的温度至或超过所述LCST聚合物开始沉积在粒子表面的这一温度；和
 - d) 固定沉积的LCST聚合物，从而在单个的聚合物链之间和/或在粒子和LCST聚合物之间形成化学键。
2. 权利要求1的方法，其中粒子基本上完全由LCST聚合物包封。
3. 权利要求1或2的方法，其中LCST聚合物涂层或包覆的层厚 $\geq 20\text{nm}$ 。
4. 权利要求1的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，该官能团使得基本上能够不可逆地吸附在粒子表面上。
5. 权利要求4的方法，其中官能团选自酸基团、羟基基团、氨基基团、磷酸酯基团、硫醇基团、硅化合物或疏水性基团。
6. 权利要求1的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，该官能团可以产生对微粒材料的离子键或化学键。
7. 权利要求1的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，当LCST聚合物沉积在粒子上之后该官能团使得LCST聚合物能够在交联反应中交联。
8. 权利要求6或7的方法，其中该官能团选自羧酸基团衍生物、氯甲酸酯基团、氨基基团、异氰酸酯基团、环氧乙烷基团和/或可自由基交联的基团。
9. 权利要求7的方法，其中如此选择该官能团使得交联反应可以通过改变溶液的pH而引发。
10. 权利要求1的方法，其中如此选择LCST聚合物，即使得它的LCST低于操作温度。
11. 权利要求10的方法，其中所述的LCST低于室温至少 10°C 。

12. 权利要求10的方法，其中所述的LCST低于室温至少15℃。

13. 权利要求1的方法，其中所用粒子是颜料粒子，填料粒子，平均粒径<100nm的纳米粒子，或纤维。

14. 权利要求13的方法，其中纤维包括微纤维。

15. 权利要求13的方法，其中纤维选自玻璃纤维，碳纤维，织物纤维，金属纤维或聚合物纤维。

16. 权利要求1的方法，其中粒子是颗粒状的、层状的、针形的或不规则形状的。

17. 一种使液态介质中的粒子分散体稳定的方法，其中通过权利要求1至13中任一项所述的方法用LCST聚合物涂覆粒子。

18. 一种用LCST聚合物涂覆非微粒基质表面的方法，其特征在于下述步骤：

a) 在低于LCST的温度下将一种LCST聚合物溶解于一种溶剂中；

b) 使步骤a) 所得的溶液与要涂覆的非微粒基质表面接触；

c) 升高温度至或超过在基质表面上LCST聚合物开始沉积的这一温度；
和

d) 固定沉积的LCST聚合物，从而在单个的聚合物链之间和/或在基质和LCST聚合物之间形成化学键。

19. 权利要求18的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，该官能团使得基本上能够不可逆地吸附在非微粒基质表面上。

20. 权利要求19的方法，其中该官能团选自酸基团、羟基基团、氨基基团、磷酸酯基团、硫醇基团、硅化合物或疏水性基团。

21. 权利要求18的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，该官能团使得能够形成对非微粒基质表面的离子键或化学键。

22. 权利要求18的方法，其中向LCST聚合物提供官能团，当LCST聚合物沉积在基质表面上之后该官能团使得LCST聚合物能够在交联反应中交联。

23. 权利要求21或22的方法，其中该官能团选自羧酸基团衍生物、氯甲酸酯基团、氨基基团、异氰酸酯基团、环氧乙烷基团和/或可自

由基交联的基团。

24. 权利要求22的方法，其中如此选择该官能团，使得交联反应可以通过改变溶液的pH而引发。

25. 权利要求18的方法，其中如此选择LCST聚合物，即使得它的LCST温度低于所述表面处理的非微粒基质的操作温度。

26. 权利要求18的方法，其中非微粒基质选自纸张，皮革，织物，玻璃板，石头，陶瓷，金属或塑料材料。

27. 权利要求18的方法，其中所用基质是半导体晶片。

28. 具有根据权利要求1的基于沉积和固定的LCST聚合物的涂层的粒子。

29. 权利要求28的粒子，其中该粒子为颜料粒子。

30. 带有根据权利要求18的包含沉积和固定的LCST聚合物的涂层的非微粒基质。

31. 一种无粘合剂的颜料膏，包含一种或多种如权利要求29所述的颜料和一种液体载体。

32. 权利要求31的颜料膏，其中液体载体包括水和/或有机溶剂。

用LCST聚合物涂覆基质表面的方法

本发明涉及一种用LCST聚合物涂覆基质表面的方法，特别是一种涂覆颜料粒子的方法，特别地，通常涉及一种不可逆的涂覆微粒或非微粒基质表面的方法。

LCST聚合物是指在低温下可以溶于一种溶剂，而当温度升高并达到LCST（低临界溶液温度）时以独立相从溶液中分离出来的聚合物。

在Hans-Georg Elias, Huethig, 和Wepf-Verlag发表在专刊“Polymere”1996年，183至184页的文章中给出了专门的定义。

颜料是细分的颗粒材料，它与载体或基体材料混合，从而影响或决定载体或基体材料的着色。出于成本的原因，颜料的使用量尽可能小。因为相互作用力，可能会发生团聚，特别是当颜料粒子作用于载体或基体材料中时，因此可以参与着色的粒子的数量减少了。通常破坏这种团聚很费劲或者至少是以一种很费时的方式才可以达到目的。然而，如果希望在可以接受的时间内以合理的成本达到理想的色彩，唯一可选的方法是增加所用颜料的量。

另一方面，颜料粒子，尤其无机颜料的粒子，其密度比通常具有有机特性的载体或基体材料高得多，这样，当颜料分散体静置一段时间后观察到沉降作用。

本发明的目的是处理粒子以使其稳定分散于液体介质中（例如清漆）。

本发明提供了具有LCST聚合物涂层的粒子，首先将LCST聚合物在低于LCST的温度下溶解于一种溶剂中，然后将所得溶液与粒子混合，并升高所得混合物的温度至（或任选超过）LCST聚合物沉积在粒子表面上的温度，由此得到这种粒子。

LCST聚合物尤其适用于包封颗粒而丝毫不影响颗粒本身的颜色，因为LCST聚合物在可见范围内是完全透明的。

令人惊讶的是，不但可以获得粒子在液体介质例如清漆或类似物中的稳定化，而且我们还意外发现，颜料的着色强度也完全保持，因为LCST聚合物涂层阻止了细颜料粒子的团聚。

作为可用本发明方法涂覆的颗粒的例子，可以提及的是：

颜料：二氧化钛，氧化铁，氧化锌，炭黑和酞菁铜粒子；

填料：硫酸钡，滑石，硅酸盐和重晶石粒子；

纳米颗粒：氧化铁，二氧化钛和二氧化硅粒子；和

微纤维：玻璃，碳，织物和聚合物纤维。

而且，我们已经发现带有LCST聚合物的粒子可以提高粒子与载体或基体材料的相容性，也就是说无论粒子的特性如何，都可以实现与含水介质或有机介质相容。

我们也意外的发现，用LCST聚合物涂覆颗粒，尤其是光致变色颜料的层状粒子，可以提供额外的保护，以防止例如在挤出过程中发生的剪切力下的机械破坏。

优选粒子以分散体的形式加入LCST聚合物溶液中，优选使用与LCST聚合物溶液相同的溶剂，而分散体的温度低于LCST。

特别优选的是，如此进行所述LCST聚合物的涂覆，即使得涂层完全包封（颜料）粒子。

LCST聚合物涂层的厚度优选 $>20\text{nm}$ ，更优选 $>25\text{nm}$ ，最优选 $>50\text{nm}$ 。

首先将要涂覆的材料与LCST聚合物溶液混合加热至高于LCST的温度，然后冷却并且再加热，重复一次或多次，由此在表面上获得厚度特别均匀的涂层。

优选如此进行涂覆过程，使得在涂层形成期间或随后LCST聚合物固定在随即要涂覆的基质的表面。

多种方法适用于所述固定，它们是，例如使涂层交联或使其固着在基质表面。通过适当改变聚合物和/或基质以使单个聚合物链之间（交联）和/或基质与LCST聚合物之间形成化学键，从而可以完成交联或固着。改性LCST聚合物的适宜方法例如是，引入可自由基交联的基

团或者引入酰氯或氯甲酸酯基团，因为这可能引起与聚合物中OH和NH基团的反应(交联)或与基质表面上OH和NH基团的反应(固着)。

另一个固定LCST聚合物层的方法是热力学意义上的，该方法在于要么用与基质具有强烈相互作用的基团改性LCST聚合物，要么尽可能地降低聚合物的LCST。

文献公开了聚合物通过所谓的源自接枝的方法(Grafting-from-Verfahren)而键合在表面的反应。这些源自接枝的反应通过在表面上引入特定基团而引发。按照表面改性的不同，单体在表面上以自由基方式、阳离子方式或阴离子方式进行聚合(参照: K. Fujiki, N. Tsubokawa, Y. Sone, Polym. J. 22)。

不过，聚合物还可以通过自由基聚合而接枝到表面上(参照: T. Tsubokawa, A. Naitoh, J. Jpn. Soc. Colour Mater. 72(8)(1999)475)。

这一方法的缺点是源自接枝的方法需要官能化的表面，并非所有基质都是这种情况而且这并不总是能够表面官能化的。

不过，任何另外要求的表面官能化意味着另外的加工步骤。

此外，必须在基质的存在下进行随后的聚合反应，而此反应本身要求非常特殊的反应条件，例如温度、溶剂等等，并且此反应通常会导致至少部分基质粒子的絮凝。生产出来的是涂覆的絮凝物而不是单独的基质粒子。

本方法的优点在于用可调节厚度的聚合物层改性不同类型的表面的通用性。通过恰当地选择具有良好活性基团并且LCST尽可能低的LCST聚合物，使得聚合物按照热动力学而固定在基质表面，因此通常不需要额外的交联或固定。

当为了所述热动力学固定术而选择LCST聚合物时，注意确保LCST温度尽可能低于被涂覆基质的操作温度(例如室温)，并且注意确保所述操作温度和LCST之间的差距尽可能大，也就是说，温度差距优选 $\geq 10^{\circ}\text{C}$ 并且更优选 $\geq 15^{\circ}\text{C}$ 。因而LCST优选 $< 15^{\circ}\text{C}$ 并且更优选 $< 10^{\circ}\text{C}$ 。

除了颜料之外，特别适宜的基质是用于塑料材料和清漆的填料，

其中填料以颗粒形式存在并且要求填料尽可能微细和均匀地分布于成品中。同样，该方法适于通过使填料粒子彼此保持离散而提高这些填料的性能，使得不会发生团聚，而且，同时可以提供能够与塑料母体或清漆介质或载体相容的所述填料。

上述方法还适于用LCST聚合物涂覆非微粒基质表面，如下进行该过程：

- (a) 在低于LCST的温度下将一种LCST聚合物溶解于一种溶剂；
- (b) 使步骤(a)制备的溶液与要涂覆的非微粒基质的表面接触；和
- (c) 升高温度至或超过LCST聚合物在基质表面上发生沉积的温度。

本发明另一特别重要的应用是用LCST聚合物涂覆作为基质的半导体晶片。

所述半导体晶片表面的某些区域或全部区域可以用沉积的LCST聚合物进行疏水化或亲水化处理。

因而本发明方法还适用于制造半导体晶片表面上的掩膜，通过使亲水性和/或疏水性的有针对性的LCST聚合物沉积在表面上并且固定而制成掩膜。

因而本发明不仅涉及本发明的方法而且涉及带有LCST聚合物涂层且显现出前述优点的颜料。另外，本发明也涉及表面上具有LCST聚合物涂层的填料，尤其是具有固定的LCST聚合物表面涂层的半导体晶片。

以根据本发明的方式涂覆的颜料可用于制备无粘合剂的颜料膏，该颜料膏包含载体介质，载体介质优选水或有机溶剂，因为它们不含粘合剂，所以可以通用于油漆和清漆中。这样就不需要储存改变的颜料膏以用于具有不同粘合剂体系的油漆和清漆。此外，本发明无粘合剂的颜料膏可以简单地加入到接收介质中（油漆、清漆、塑料材料等），由于LCST涂层因而避免了颜料粒子的团聚，并且混合操作无需考虑这一点（无需分散）。

本发明的LCST涂层—不管在微粒基质上还是在非微粒基质上—都可以充当包含UV稳定剂、发色团或发光组分且处于下面的涂层的保护层。

还可以想到, 将这些功能组分引入LCST涂层本身, 或者, 使它们化学连接在LCST聚合物上, 然后将它们沉积在基质表面。

除了它的保护功能之外, 含有LCST聚合物的涂层也可以起到改性的粒子表面的作用, 在其之上可以进行表面的进一步官能化。

在本发明范围内特别适宜的LCST聚合物是, 例如:

- 聚环氧乙烷 (PEO) 衍生物
- 聚环氧丙烷 (PPO) 衍生物
- 聚 (N-异丙基丙烯酰胺)
- 乙基 (羟乙基) 纤维素
- 聚 (N-乙烯基己内酰胺) 和
- 聚 (甲基乙烯基醚)。

以下参考实施例和附图将更详细地描述本发明的这些和其他优点, 其中:

图1表示LCST聚合物在不同颜料上的准等温吸附线;

图2说明借助于根据本发明的LCST聚合物酞菁铜蓝色颜料在丙烯酸酯粘合剂中相容性的改进;

图3表示按照本发明LCST聚合物对颜料的稳定作用; 和

图4说明按照本发明LCST聚合物对颜料的着色强度的作用效果。

以下实施例1至3描述了按照本发明用LCST聚合物进行涂敷的过程, 并且阐述了其对各种不同颜料的作用效果。

实施例1

在大约5℃下, 将一种分子量为4000g/mol且LCST为8℃的PEO-PPO-PEO嵌段共聚物 (Aldrich出售) 作为LCST聚合物溶解于蒸馏水中, 从而获得浓度大约为10wt%的溶液。该溶液保持为大约1℃。

同时, 配制1vol%浓度的二氧化钛颜料 (Kronos 2310, 由Kronos International出售) 的分散体, 通过称量6.8g这一颜料与400g玻璃珠 (直径3mm) 以及168g蒸馏水, 加入到聚丙烯广口瓶中并且用Scandex振动机分散混合物大约30分钟而完成这一操作。从玻璃珠中筛分出分

散体（水中的颜料）并且用磁力搅拌器继续进行搅拌。颜料分散体保持为大约1℃。

在持续搅拌下向冷却的颜料分散体中加入控制温度的聚合物溶液，直到聚合物在混合物中的含量基于所称量的颜料的量计为5wt%。

进一步保持温度1℃达2小时，然后将分散体加热到室温（23℃）并在这一温度下保持15分钟。

这一步骤，也就是冷却混合物至1℃（超过2小时）并加热到室温（15分钟）这一步骤，重复4次。这样涂覆的颜料在1℃下过滤，室温下用蒸馏水洗涤，然后在室温下风干。

进行ESA（电动声波振幅）测试：

ESA方法是表征粒子表面的较新方法步骤（R. W. O'Brien, D. W. Camron, W. N. Rowlands, J. Colloid Interface Sci. 173(1985), 406）。

当高频电流的交变磁场作用于粒子的分散体时，粒子沿着外部电场的线路移动。由于这一事实，即在含水介质和粒子之间存在密度差，使得在含水介质的相界面上产生了声波，然而这一声波相对于电场的激发波发生了相位移。相位移与声波的振幅(ESA)一起构成粒子迁移率 μ 的直接函数，这一动态迁移率又由激发频率和粒子性能（例如电动电势和粒子尺寸）决定。于是若带有吸附的聚合物层的粒子的动态迁移率 μ 除以无聚合物涂层的粒子的迁移率 μ_0 ，则得到相对粒子迁移率 μ / μ_0 ，这一相对粒子迁移率是吸附的聚合物层厚度的定量指标量。

采用ESA方法记录二氧化钛表面上LCST聚合物的准等温吸附线：

如上所述配制1vol%浓度的二氧化钛颜料分散体。分散体在搅拌下保持为23℃。称量400g分散体加入ESA测量池，通过加入饱和硝酸钾溶液（23℃）和1M的KOH溶液或1M的硝酸溶液（也为23℃）而使得分散体的pH为8.5和分散体的电导率为500 μ S/cm。然后以0.5MHz的激发频率来测量无聚合物涂层的二氧化钛粒子的动态迁移率。为了在LCST温度之下加入LCST聚合物，将分散体转移入温控容器内并且在搅拌下冷却至2℃。加入100 μ l的LCST聚合物溶液(10wt%浓度)，经过5分钟后，将

混合物加热至23℃。将悬浮液送回ESA测量池并且在0.5MHz下测量动态迁移率。

然后绘制所得相对迁移率 μ / μ_0 对聚合物加入量的关系图（图1，曲线1）。

实施例2

采用与实施例1所述相似的方式，在相同条件下采用同样比例和同样LCST聚合物涂覆 Fe_2O_3 颜料（Bayferrox 120 FS，由Bayer AG出售）。

采用类似于实施例1所述的方式来测定被涂覆的颜料粒子的对比动态迁移率— μ / μ_0 。数据用图表表示在图1中（曲线2）。

实施例3

以类似于实施例1所述的方式，采用同样的LCST聚合物并采用同样的涂覆粒子的比例来涂覆酞菁铜(II)蓝色颜料粒子（购自BASF AG的Heliogen Blau）。

采用类似于实施例1所述的方式来测定被涂覆的颜料粒子的对比动态迁移率— μ / μ_0 。数据用图表表示在图1中（曲线3）。

从实施例1至3以及ESA测量可以清楚地看出（图1），PEO-PP0-PEO共聚物用作LCST聚合物对无机颜料和有机颜料具有明显的相互作用。为了与颜料粒子具有良好的相互作用，保持温度界限（LCST）具有决定性的重要作用。

实施例4

在这一例子中，通过类似于实施例1所述的步骤涂覆酞菁铜(II)蓝色颜料粒子(Heliogen Blue，由BASF AG出售)，采用 $M = 4000\text{g/mol}$ 且LCST大约为8℃的PEO-PP0-PEO嵌段共聚物（Pluronic，由BASF AG出售）。

有机颜料，例如在此所用的酞菁铜(II)蓝色颜料，由于它们具有比较疏水的表面，与强极性物质通常仅表现出弱相互作用，强极性物质例如为基于丙烯酸的粘合剂分子。

另外，正如目前这一情形，如果使颜料和粘合剂具有相同极性，则会发生静电排斥效应，该效应将随着相同极性电荷的增加而增大。

这一情形由图2中上方曲线表示。这表明,当前所用丙烯酸酯粘合剂表现为带负电荷的所谓的聚合电解质,其与酞菁铜(II)蓝色颜料同样带有强负电荷的颜料粒子表面没有相互作用,并且通过ESA方法23℃下在水中测定的对比动态迁移率 μ / μ_0 保持恒定。

以类似于实施例1所述的方法配制1vol%浓度的颜料分散体。将其保持为23℃并且使用KOH和KNO₃溶液将其电导率调整为2500 μS/cm以及将其pH调整为8.5。

为了测定粘合剂与未改性表面的相互作用,向其中滴定20wt%浓度的丙烯酸酯粘合剂水溶液(Viacryl SC 323w/70SBB,原名:Resydrol WY 323, Vianova Resins, Hoechst, Germany, 同样调整pH为8.5), 测量相对迁移率对所加粘合剂的量的函数关系(图2中的上方曲线)。为了测定LCST聚合物改性的颜料表面与粘合剂的相互作用,将1vol%浓度的颜料悬浮液冷却至2℃,加入基于颜料重量计为5wt%的LCST聚合物溶液(水中的10wt%浓度的聚合物溶液),保持温度2℃长达30分钟,之后将全部溶液加热至23℃。向其中滴定20wt%浓度的丙烯酸酯粘合剂水溶液(同样调整pH为8.5),并且测量相对迁移率对所加粘合剂的量的函数关系(图2中下方曲线)。

不过,如果颜料粒子在与丙烯酸酯粘合剂接触之前按照本发明用LCST聚合物(此处指前述PEO-PP0-PE0聚合物)进行过表面改性,则可以发现实质上较强的相互作用(图2中下方曲线),因而分散的颜料粒子与含有粘合剂的介质之间的相容性具有相当大的改进,例如丙烯酸清漆。

实施例5

该实施例借助于TiO₂颜料粒子来解释LCST聚合物涂层的稳定作用:

以类似于实施例1所述的方法涂覆TiO₂粒子,采用M = 4000g/mol且LCST大约为8℃的PEO-PP0-PE0嵌段共聚物,并且采用相同的比例和温度条件。

图3表示用TiO₂着色的清漆或油漆层的黑色稀释浆(Schwarzausmischung)的亮度值(DIN 53235, (1977), 用标准色浓

度样品测试, 标准色浓度和色浓度标准), 作为对比, 对工业上通用的TiO₂颜料粒子进行无机后处理(技术指标: Titandioxid-Pigmente in Industriellacken, Kronos International, Leverkusen)和有机后处理(技术指标: Titandioxid-Pigmente in Industriellacken, Kronos International, Leverkusen)。无机后处理获得的亮度值作为100%。

与其比较, 常规有机后处理方法得到明显较低的相对亮度值。

按照本发明用LCST聚合物(如实施例4)处理的二氧化钛颜料表现出明显较高的亮度值Y。这证明二氧化钛粒子的分散状态得到改善, 换句话说, 这证明降低了团聚程度。

实施例6

类似于实施例5, 本实施例得到的着色强度读数表明, 按照本发明(以类似于实施例4所述的方式)用LCST聚合物涂覆之后颜料粒子(此处为酞菁铜(II)蓝色颜料和氧化铁Bayferrox 120 FS)的分散状态得到改善。得到特别大改进的是氧化铁颜料的例子(参见图4)。在这一例子中, 用颜料的白色稀释浆(Weissausmischungen)测量相对着色强度(EN ISO 8781-1, (1995), Verfahren zur Beurteilung des Dispergierverhaltens, 第一部分: Bestimmung der Farbstärkeentwicklung von Buntpigmenten; DIN EN ISO 787-24, (1995), Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente and Füllstoffe, 第24部分: Bestimmung der relativen Farbstaerke von Buntpigmenten und des relativen Steuervermögens von Weisspigmenten - Photometrische Verfahren)。

实施例7

将一块1x1cm且具有二氧化硅表面的半导体晶片浸入3mL蒸馏水中。将其冷却至2℃, 加入0.2mL10wt%浓度的LCST聚合物溶液(例如PEO-PPO-PEO嵌段共聚物, 摩尔质量大约为4000, LCST大约为8℃)。在2℃下保存2小时, 随后在一小时内将其加热至23℃。然后再次冷却至2℃, 但是仅仅持续10分钟, 之后在一小时内将其加热至23℃。这种

冷却和加热循环总共进行三次。最后一次循环后，晶片在23℃下在液体涂覆介质中再保持24小时，其后用蒸馏水洗涤。

实施例8(颜料膏的制备)

将 44g 炭黑、300mL 蒸馏水和 250mL 氧化锆珠粒放入恒温控制的分散容器内，在其中它们保持为 2℃，用高速搅拌器以 4000rpm 搅拌使其分散。经过 15 分钟后，加入 60 毫升 10wt%浓度的 LCST 聚合物溶液(PEO-PP0-PEO 嵌段共聚物的溶液，分子量大约为 4000g/mol，LCST 大约为 8℃)和 100 毫升蒸馏水，搅拌器转速降低至 2000rpm。在 2℃下分散 1 小时，随后将分散体加热至 23℃，在室温下分散 15 分钟后，再次冷却至 2℃。在 2℃下分散 15 分钟之后，再加入 60 毫升 10wt%浓度的 LCST 聚合物溶液，然后混合物加热至 23℃，在 23℃下分散再进行 15 分钟。过滤掉珠粒，在 45℃下真空蒸馏除去水，直到膏体的固含量大约为 20wt%。由此得到的颜料膏显示出良好的抗絮凝稳定性并且与不同粘合剂体系具有良好的相容性。

图 1

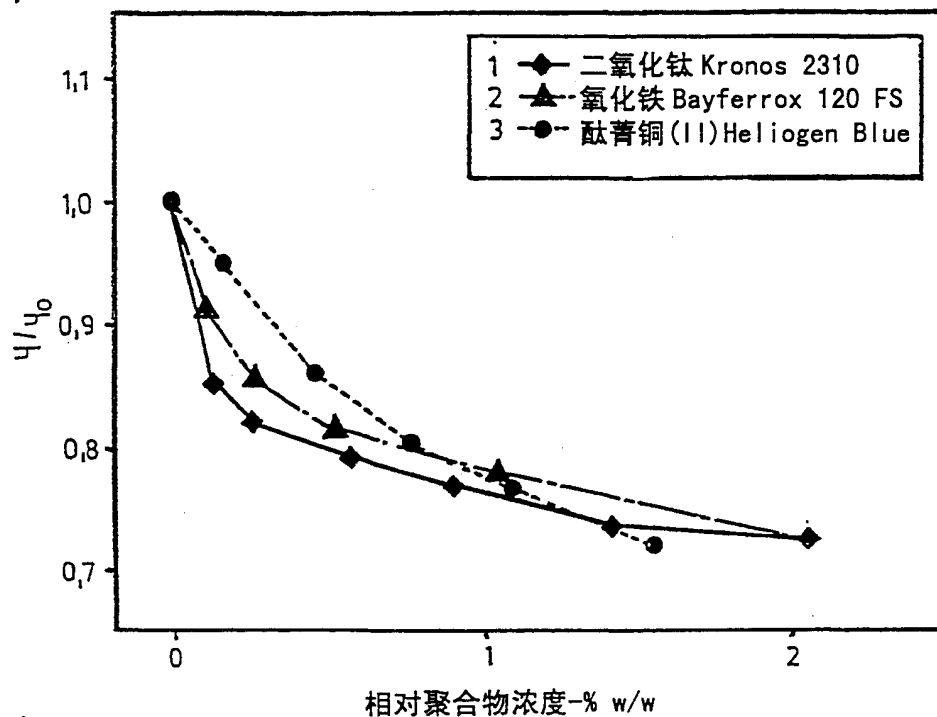


图 2

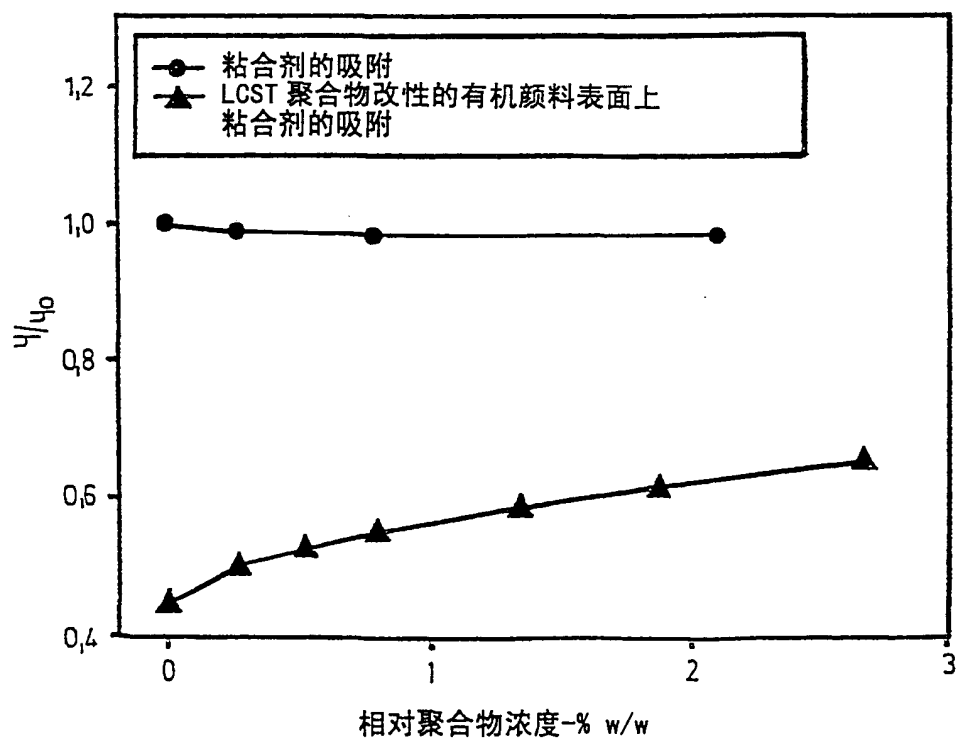


图 3

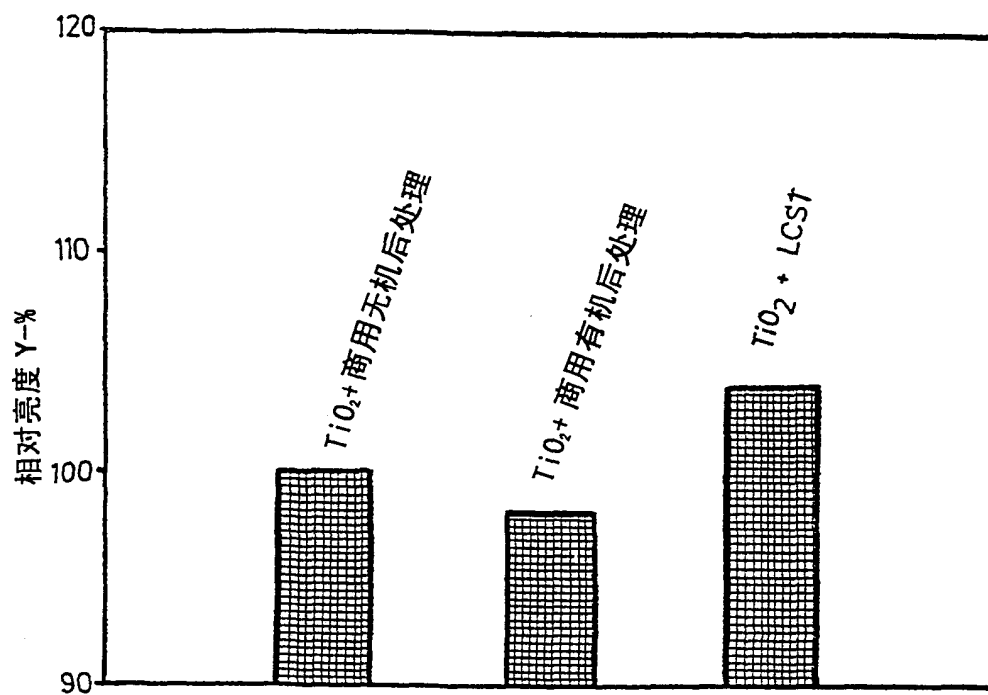


图 4

