

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480019531.X

[51] Int. Cl.

*C09D 5/03 (2006.01)*

*C08J 3/20 (2006.01)*

*B05D 5/06 (2006.01)*

*C09B 67/20 (2006.01)*

[43] 公开日 2006年8月16日

[11] 公开号 CN 1820057A

[22] 申请日 2004.7.8

[21] 申请号 200480019531.X

[30] 优先权

[32] 2003.7.28 [33] DE [31] 10334308.3

[86] 国际申请 PCT/EP2004/007454 2004.7.8

[87] 国际公布 WO2005/014729 德 2005.2.17

[85] 进入国家阶段日期 2006.1.9

[71] 申请人 巴斯福涂料股份公司

地址 德国明斯特

[72] 发明人 S·皮翁特克 J·贝格 M·毛斯

C·希尔格 G·埃茨罗特

N·施奈德

[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 刘明海

权利要求书3页 说明书22页

## [54] 发明名称

固体颜料制剂及其在有机溶剂中的分散体,其制备和用途

## [57] 摘要

本发明公开了固体颜料制剂,包含(A)至少一种浓度高于随后应用所对应的浓度的颜料和(B)至少一种载体材料,选自具有玻璃化转变温度 $>30^{\circ}\text{C}$ 和熔点或熔程低于其分解温度的低聚物和聚合物,可制备如下:将一种或多种颜料(A)或一种或多种颜料(A)和至少一种成分(D)在一种或多种载体材料(B)的熔体中或在一种或多种载体材料(B)和至少一种成分(D)的熔体中在不连续操作的分散装置中在0.1至1.0kW/kg的功率输入下分散0.5至5小时,并随后从分散装置中排出混合物(A/B)或(A/B/D)并将其冷却和凝固;还涉及其制备和用途。

1. 一种固体颜料制剂, 包含
  - (A) 至少一种浓度高于随后应用所对应的浓度的颜料和
  - (B) 至少一种载体材料, 选自具有玻璃化转变温度 $>30^{\circ}\text{C}$ 和熔点或熔程低于其分解温度的低聚物和聚合物,可制备如下: 将所述一种或多种颜料(A)或所述一种或多种颜料(A)和至少一种成分(D)在所述一种或多种载体材料(B)的熔体中或在所述一种或多种载体材料(B)和至少一种成分(D)的熔体中在不连续操作的分散装置中在0.1至1.0 kW/kg的功率输入下分散0.5至5小时, 并随后从分散装置中排出混合物(A/B)或(A/B/D)并将其冷却和凝固。
2. 权利要求1所要求的颜料制剂, 它是粉末形式。
3. 权利要求1所要求的颜料制剂, 它作为在至少一种有机溶剂(C)中的分散体的形式存在。
4. 权利要求1至3任一项所要求的颜料制剂, 其中颜料(A)选自有机和无机, 透明和不透明, 彩色和/或效果, 荧光, 磷光, 导电和磁屏蔽颜料和透明和不透明金属粉末以及有机和无机, 透明和不透明填料和纳米颗粒。
5. 权利要求1至4任一项所要求的颜料制剂, 其中低聚物和聚合物(B)具有玻璃化转变温度30至 $200^{\circ}\text{C}$ 。
6. 权利要求1至5任一项所要求的颜料制剂, 其中低聚物和聚合物(B)在超过其玻璃化转变温度至少 $100^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内不分解。
7. 权利要求1, 2或4至6任一项所要求的颜料制剂, 它包含基于颜料制剂计的1至85%重量至少一种颜料(A)和15至99%重量至少一种载体材料(B)或由其组成。
8. 权利要求3至6任一项所要求的颜料制剂, 它包含基于分散体固体计的1至85%重量至少一种颜料(A)和15至99%重量至少一种载体材料(B)。
9. 权利要求3至6或8任一项所要求的颜料制剂, 它具有固体含量

20至80%重量。

10. 权利要求1至9任一项所要求的颜料制剂,它包含至少一种选自添加剂和染料的其它成分(D)。

11. 权利要求10所要求的颜料制剂,其中添加剂选自交联剂,UV吸收剂,光稳定剂,自由基清除剂,脱挥发分剂,滑动助剂,聚合反应抑制剂,交联催化剂,热不稳定的自由基引发剂,光引发剂,可热固化反应性稀释剂,可用光化射线固化的反应性稀释剂,促粘剂,流平剂,成膜助剂,阻燃剂,腐蚀抑制剂,自由流动助剂,蜡和消光剂。

12. 权利要求1至11任一项所要求的颜料制剂,其中分散装置是捏合机。

13. 一种用于制备权利要求1至12任一项所要求的颜料制剂的方法,通过将其成分(A)和(B)以及,如果合适,(C)和/或(D)混合在一起,包括

(1) 在第一步骤中在分散装置中将

--一种或多种颜料(A)或

--一种或多种颜料(A)和至少一种成分(D)

使用0.1至1 kW/kg的功率输入在

--一种或多种载体材料(B)或

--一种或多种载体材料(B)和至少一种成分(D)

的熔体中分散0.5至5小时,并随后

(2) 在第二步骤中从分散装置中排出所得混合物(A/B)或(A/B/D)

并将其冷却和凝固。

14. 权利要求13所要求的方法,其中

(3) 将凝固的混合物(A/B)或(A/B/D)粉碎。

15. 权利要求13或14所要求的方法,其中

(4) 将凝固的混合物(A/B)或(A/B/D)分散在至少一种有机溶剂(C)中。

16. 权利要求1至12任一项所要求的颜料制剂或通过权利要求13至15任一项所要求的方法而制成的颜料制剂用于制备或着色颜料化

粉末和基于有机溶剂的液体涂料(常规涂料)和用于制备混合体系的用途。

17. 权利要求 16 所要求的用途, 其中混合体系用于制备和/或用于随后着色粉末和常规涂料。

18. 权利要求 16 或 17 所要求的用途, 其中混合体系包含

(I) 至少两个调节模块, 分别包含在权利要求 1 至 12 任一项中所述的分散体或至少一种通过权利要求 15 的方法而制成的分散体, 和

(II) 至少一种包含颜料化或未颜料化、尺寸稳定的粉末的固体模块。

19. 权利要求 16 至 18 任一项所要求的用途, 其中低聚物和聚合物(B)与存在于粉末中的粘结剂相同。

20. 权利要求 16 至 19 任一项所要求的用途, 其中粉末的制备和/或随后着色根据调色公式体系进行。

21. 权利要求 16 至 20 任一项所要求的用途, 其中粉末是塑料粒料或粉末涂料。

22. 权利要求 16 至 21 任一项所要求的用途, 其中

a) 所述颜料化粉末涂料和常规涂料用于

-运输工具包括飞机, 铁路车辆, 船舶, 人力车和机动车的车体的头道涂漆, 用于内和外部应用, 以及这些运输工具的部件,

-建筑的内部与外部涂漆,

-门, 窗户, 家具和中空玻璃器具的涂漆,

-管线的涂覆,

-工业涂覆, 包括卷材涂覆, 容器涂覆和机械, 光学和电元件的浸渍和/或涂覆;

-白色商品包括家用电器, 锅炉和散热器的涂漆; 和

-法兰, 阀, 壁柜衣橱, 床架, 绝缘盒, 栅栏柱, 园林设施, 公路护栏, 路标, 购物篮, 用于洗碗机的插入物, 制动汽缸, 实验室设备和化工设备的涂覆, 和

b) 所述颜料化塑料粒料用于制备模塑品和薄膜。

## 固体颜料制剂及其在有机溶剂中的分散体,其制备和用途

本发明涉及新型固体、尤其粉状的、颜料制剂。本发明还涉及颜料制剂在有机溶剂中的新型分散体。本发明进一步涉及用于制备固体颜料制剂及其在有机溶剂中的分散体的新工艺。本发明也涉及该新型固体、尤其粉状的、颜料制剂及其在有机溶剂中的分散体用于制备颜料化粉末,尤其塑料粒料和粉末涂料,和混合体系中的用途。

粉末涂料和其制备方法例如从 BASF Coatings AG 小册子“Pulverlacke, für industrielle Anwendungen”, 2000 年 1 月, 或“Coatings Partner, Pulverlack Spezial”, 1/2000 中得知。该粉末涂料是热塑性粉末涂料或可固化的粉末涂料, 即, 以粉末形式施用到优选金属基材上的热固性聚合物的可熔化和可固化的前体。这通常使用例如描述于以上引用的小册子中的粉末涂覆装置而进行。在该工艺中, 粉末涂料表现出两个基本优点: 完全或基本上不存在有机溶剂, 和容易将粉末涂料过喷涂部分再循环至涂覆工艺。

与所用哪一种粉末涂覆装置和工艺无关, 粉末涂料以薄层施用到基材上和熔化, 形成连续粉末涂料膜, 然后将所得涂层冷却。在可固化粉末涂料的情况下, 固化在粉末涂料膜熔化过程中或之后进行。最低固化温度优选高于粉末涂料的熔程, 这样熔化和固化相互独立。这样的优点在于, 粉末涂料熔体由于其相对低的粘度而在固化开始之前有效地流出。

粉末涂料的制备包括非常多的工艺步骤并因此是一种相对复杂的工艺。首先, 粉末涂料的粘结剂必须被粗研磨。随后将粉末涂料的各个组分, 如粘结剂和功能成分如交联剂, 颜料或典型的粉末涂料添加剂相互混合并在特殊挤出机中挤出。将挤出物排出和例如, 在冷却带上冷却。将挤出物碎片预粉碎, 随后细研磨和筛选(其中将超大颗粒返回至细磨机), 然后将所得粉末涂料称重和包装。

因为粉末涂料挤出机不是用于相对难以分散的颜料的高效的混合单元或分散单元,这些颜料在粉末涂料内不处于完全分散态。这样的后果是,如果发生任何颜色矫正步骤或后续着色操作,所涉及的粉末涂料会在进一步通过粉末涂料挤出机的过程中改变其色调,即使没有加入矫正颜料,因为尚未完全分散的颜料会进一步分散,这样产生附加的着色强度。这种非常不利的现象也称作“着色强度储备”(参见欧洲专利申请 EP 1 026 212 A1,第 2 页,段落[0004])。总之,该现象导致颜料消耗增加和质量问题。

这尤其出现在透明颜料和效果颜料的情况下。

当颜料颗粒的尺寸 $<15$  nm 时,颜料化粉末涂料显得透明。但这些小的初级颜料颗粒具有强烈的附聚倾向。附聚物只能在特殊磨机中非常费力地粉碎。在将它们引入粉末涂料时,即使使用特殊挤出机,用难以分散的颜料,如湿化学制备的、透明氧化铁颜料,颜料级炭黑或花颜料一般不可能得到透明着色而没有不匀性。

在基于薄片状颜料颗粒的效果颜料的情况下,在将它们引入粉末涂料时往往观察到颗粒尺寸和形态的相应变化。所得着色与基于湿涂料的使用这些效果颜料而制成的涂漆层相比在色彩上不太吸引人,而且缺乏亮度和通常深位的缎子光泽。铝效果颜料发出灰色,而且在云母效果颜料的情况下,根本不再观察到光学作用。

这些不利现象造成大的问题,尤其当将粉末涂料配方从使用小型实验室挤出机操作的实验室规模放大至其中使用大型生产挤出机的生产规模时,因为不同尺寸的挤出机通常得到不同的分散结果。因为这些原因,在调配粉末涂料的色调时,非常受限地使用基于所用具体颜料的标准着色的颜色配方计算法并产生相对较高的误差。

已经尝试利用其中颜料在大于对应于其随后应用的浓度下处于预分散形式的固体颜料制剂而解决这些问题。

这种颜料制剂例如,由 Ciba Specialty 化学品以商标名 Microlen® 提供。这些制剂包含分散在脲-醇酸树脂中的颜料。尽管 Microlen® 颜料制剂可无尘地处理并具有相对恒定的颜色强度,但它

们具有大的缺点:所用的脲-醇酸树脂不是该颜料制剂所要被引入其中的粉末涂料的原始成分。在粉末涂料中,通常使用羧基官能或羟基官能聚酯树脂,环氧树脂或聚丙烯酸酯树脂。因此,存在着所用的脲-醇酸树脂与这些树脂不相容并分离的危险。也会不当地将 Microlen® 颜料制剂的载体材料化学连接到所述粉末涂料或由其制成的粉末涂层的粘结剂基质上。另外,粉末涂料配方通常针对由应用目的的要求产生的特定性能进行优化。例如,对于所要在户外用于涂布贴面元件的粉末涂料,仅仅使用具有尤其高的耐候性和光稳定性和 UV 稳定性的配方成分。粉末涂料的各种应用目的所产生的需求分布可如此不同,使得不可能确保 Microlen® 颜料制剂的载体材料能够满足具体要求。

固体颜料制剂的制备还公开于国际专利申请 WO 95/31507 A1 和欧洲专利申请 EP 1 026 212 A1。其中提出将含水颜料分散体和含水粘结剂分散体相互混合并通过喷雾干燥。还提出将所得颜料制剂与粉末涂料的其它成分一起按照常规的已知方式进行处理,得到着色粉末涂料。但该工艺难以或根本不可能使用效果颜料进行操作。

上述工艺有可能在常规已知的制备彩色和/或效果粉末涂料的情况下改善颜料的引入。但它们不能够消除以下的实质性缺点:色调和/或光学作用仍旧取决于原始称出的批料且偏离设定规格的彩色和/或效果粉末涂料的后续着色不是可能的。

德国专利申请 DE 100 57 164 A1 和 DE 100 57 165 A1 公开了包含颜料和至少一种热塑性聚合物的粒状形式的固体颜料制剂。它们通过将颜料分散在聚合物的溶液中并随后在去除溶剂的同时形成粒料而制备。粒料可例如,通过将颜料分散体在流化床干燥器中施用到热塑性聚合物粉末上和同时蒸发溶剂而形成。该颜料制剂用于着色塑料模塑配混物和层压膜;它们是否还适用于制备粉末涂料没有在这两篇专利申请中公开。

本质上看,已知的固体颜料制剂仍具有一定的被有害地转移至使用它们制成的粉末涂料,塑料模塑配混物和层压膜上的“着色强度储备”。

如果将已知的固体颜料制剂再分散在有机溶剂中并以该形式用于颜料化粉末涂料的后续着色,会出现尤其由于颜料在制备固体颜料制剂过程中的不完全分散和再分散颜料制剂不令人满意的稳定性而产生的其它问题。因此,再分散颜料制剂的遮盖涂膜(Abstriche)往往表现出过低的光泽和对于颜料的用量来说低的着色强度。

为了避免再分散固体颜料制剂的步骤,可在制备和着色颜料化粉末涂料时直接使用颜料在有机粘结剂溶液中的原始分散体,例如在国际专利申请 WO 02/088261 A1 和 WO 02/42384 A1 中提出的。但通过该方式不可能消除由于颜料分散体的稳定性不令人满意而带来的问题。也绝对不可能避免“着色强度储备”在所得粉末涂料中的出现。另外,原始颜料分散体,尤其具有相对低稳定性的那些本身就具有低于由它们制成的固体颜料制剂的储存稳定性。因此仅在异常情况下,可将它们较长距离运输,而且在许多情况下它们必须在使用之前立即制备或在其储存过程中连续搅拌以防沉降。

本发明的一个目的是提供不再具有已有技术缺点而是具有以下性质的新型固体颜料制剂:

-可简单地和以非常良好的再现性制成,

-可尤其容易地适应于由它们制成的颜料化粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料的物质组成和使用性能分布,以及适应于将由它们制成的颜料化产品,尤其是颜料化涂层,塑料模塑品和薄膜的使用性能分布,

-仅具有非常低的或根本没有“着色强度储备”,这样

-色调配制可利用基于所用特定颜料的标准着色的颜色配方计算方法没有问题地进行,和

-它们可非常容易再分散在有机溶剂中,其中所得颜料分散体

-是尤其稳定的,

-得到尤其高光泽和尤其高着色强度的遮盖涂膜,

-特别适用于颜料化粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料的制备和后着色,和

-能够提供混合体系,尤其与调色公式体系相结合的混合体系。

使用新型固体颜料制剂和再分散在有机溶剂中的该新型颜料制剂制备或着色的颜料化粉末,尤其颜料化粉末涂料和颜料化塑料粒料应该得到具有尤其高光泽,尤其高遮盖力,和非常良好的机械性能的颜料化产品,尤其颜料化涂层,塑料模塑品和薄膜。

另外,新型固体颜料制剂和再分散在有机溶剂中的该新型颜料制剂,即,新型颜料分散体应该不仅能够制备和/或着色粉末而且能够制备和/或着色基于有机溶剂的液体涂料。

使用新型固体颜料制剂和再分散在有机溶剂中的该新型颜料制剂制备或着色的颜料化液体涂料还应该得到具有尤其高光泽,尤其高遮盖力和非常良好的机械性能的颜料化产品,尤其颜料化涂层,塑料模塑品和薄膜。

本发明因此提供新型固体颜料制剂,包含

(A) 至少一种浓度高于随后应用所对应的浓度的颜料和

(B) 至少一种载体材料,选自具有玻璃化转变温度 $>30^{\circ}\text{C}$ 和熔点或熔程低于其分解温度的低聚物和聚合物,

可制备如下: 将一种或多种颜料(A)或一种或多种颜料(A)和至少一种成分(D)在一种或多种载体材料(B)的熔体中或在一种或多种载体材料(B)和至少一种成分(D)的熔体中在不连续操作的分散装置中在0.1至1.0 kW/kg的功率输入下分散0.5至5小时,并随后从分散装置中排出混合物(A/B)或(A/B/D)并将其冷却和凝固。

该新型固体颜料制剂以下称作“本发明颜料制剂”。

本发明的其它主题由说明书得出。

根据已有技术,令人意外和对熟练技术人员不可预见的是,本发明的主题利用本发明颜料制剂而实现。

尤其令人意外的是,本发明颜料制剂

-可简单地和以非常良好的再现性制成,

-可尤其容易地适应于由它们制成的颜料化粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料的物质组成和使用性能分布,以及适应于将由它们制成的颜料化产品,尤其是颜料化涂层,塑料模塑品和薄膜的使用性能分布,

- 仅具有非常低的或根本没有“着色强度储备”，这样
- 色调配制可利用基于所用特定颜料的标准着色的颜色配方计算方法没有问题地进行，或即使有，也只是以较少的问题进行和
- 它们可非常容易再分散在有机溶剂中，其中所得颜料分散体
- 是尤其稳定的，
- 得到尤其高光泽和尤其高着色强度的遮盖涂膜，
- 特别适用于颜料化粉末，尤其粉末涂料和塑料粒料的制备和着色，

和

- 能够提供混合体系，尤其与调色公式体系相结合的混合体系。

另外令人意外的是，甚至难以分散的颜料(A)或机械敏感的薄片状效果颜料(A)的本发明颜料制剂也可没有问题地被制成。

另外，使用本发明颜料制剂和使用再分散在有机溶剂中的本发明新型颜料制剂(以下简称作“本发明分散体”)制备或着色的新型颜料化粉末，尤其新型颜料化粉末涂料和新型颜料化塑料粒料意外地得到具有尤其高光泽，尤其高遮盖力和非常良好的机械性能的新型颜料化产品，尤其是新型颜料化涂层，塑料模塑品和薄膜。

更加意外的是，本发明颜料制剂，分散体，粉末，尤其粉末涂料和塑料粒料，以及本发明产品，尤其涂层，塑料模塑品和薄膜具有非常宽的适应性。

也令人意外的是，该新型固体颜料制剂以及再分散在有机溶剂中的新型颜料制剂，即，新型颜料分散体不仅能够制备和/或着色粉末而且能够制备和/或着色基于有机溶剂的液体涂料。

利用新型固体颜料制剂和再分散在有机溶剂中的新型颜料制剂制备或着色的颜料化液体涂料还得到具有尤其高光泽，尤其高遮盖力和非常良好的机械性能的颜料化产品，尤其颜料化涂层，塑料模塑品和薄膜。

本发明颜料制剂包含至少一种颜料(A)。所存在的颜料(A)的数目尤其根据本发明颜料制剂的应用目的和根据所用的具体颜料(A)的分散性而决定。因此有利地仅使用具有相当分散性的颜料(A)用于制备本

发明的颜料制剂。

颜料(A)在本发明颜料制剂中的应用浓度高于随后应用所对应的浓度(关于此,另外参见 Römpp-Online 2002,“颜料制剂”)。

颜料(A)优选选自有机和无机,透明和不透明,彩色和/或效果,荧光,磷光,导电,和磁屏蔽颜料和透明和不透明金属粉末,以及有机和无机,透明和不透明填料和纳米颗粒。

合适的颜料(A)的例子例如详细描述于,

-国际专利申请 WO 02/088261 A1,第 13 页第 28 行至第 15 页第 20 行和第 15 页第 30 行至第 16 页第 19 行;

-国际专利申请 WO 02/42384 A1,第 22 页第 1 行至第 23 页第 23 行和第 24 页第 1 至 22 行;

-德国专利申请 DE 100 57 164 A1,第 2 页段落[0011]至第 4 页段落[0022];或

-德国专利申请 DE 100 57 165 A1,第 2 页段落[0012]至第 4 页段落[0024]。

本发明颜料制剂进一步包含至少一种,尤其一种载体材料(B)。

载体材料(B)选自具有玻璃化转变温度 $>30^{\circ}\text{C}$ ,优选 30 至  $200^{\circ}\text{C}$ (参见 Römpp-Online 2002,“玻璃化转变温度”)和熔点或熔程低于其分解温度的低聚物和聚合物(参见 Römpp-Online 2002,“低聚物”和“聚合物”)。低聚物和聚合物(B)优选在超过其玻璃化转变温度至少  $100^{\circ}\text{C}$  的温度范围内不分解。

载体材料(B)的物质组成以及化学和物理性能主要由其用于所要分散的具体颜料(A)的分散能力和由其应用目的,尤其是由用本发明颜料制剂所要制备或着色的粉末,尤其是粉末涂料和塑料粒料,以及液体涂料的物质组成决定。载体材料(B)优选选择使得其化学,物理和使用性能分布与存在于本发明粉末或基于有机溶剂的液体涂料(常规涂料)中的至少一种基本成分,尤其是至少一种粘结剂的性能分布相当和优选相同。

尤其使用热塑性的或可热方式和/或使用光化射线固化的粉末涂

料或常规涂料的低聚物和聚合物粘结剂作为载体材料(B)。

如果所涉及的本发明颜料制剂用于制备或着色热塑性粉末,尤其热塑性粉末涂料和塑料粒料,那么尤其使用热塑性低聚物和聚合物(B)。

合适的热塑性低聚物和聚合物(B)的例子例如详细描述于,

-国际专利申请 WO 02/088261 A1, 第 23 页第 21 行至第 27 页第 20 行;或

-德国专利申请 DE 100 57 164 A1, 第 4 页段落[0023]至第 5 页段落[0039]。

如果所涉及的本发明颜料制剂用于制备或着色可热方式和/或使用光化射线固化的粉末,尤其可热方式和/或使用光化射线固化的粉末涂料和塑料粒料,以及常规涂料,那么尤其使用包含用于热固化和/或用于光化射线固化的反应性官能团的低聚物和聚合物(B)。

就本发明而言,光化射线是指电磁射线,如近红外(NIR),可见光,UV 射线,X-射线,和  $\gamma$  射线,尤其 UV 射线,和微粒子射线,如电子束, $\beta$  射线,质子束,中子束或  $\alpha$  射线,尤其电子束。

可热方式和/或使用光化射线固化的合适的低聚物和聚合物(B)的例子详细描述于国际专利申请 WO 02/42384 A1, 第 27 页第 17 行至第 38 页第 26 行并结合第 18 页第 27 行至第 21 页第 29 行。

颜料(A)和载体材料(B)在本发明颜料制剂中的量可广泛变化并主要由载体材料(B)的分散能力和颜料(A)的分散性以及由预期的应用目的决定。本发明颜料制剂优选包含,分别基于颜料制剂,1至85%,更优选1至80%,和尤其是1至70%重量的至少一种颜料(A)和15至99%,更优选20至99%,和尤其是30至99%重量的至少一种载体材料(B)。

本发明颜料制剂还可进一步包含至少一种功能成分(D)。成分(D)优选选自添加剂和染料,尤其常用于粉末涂料的添加剂和染料。添加剂优选选自交联剂,UV 吸收剂,光稳定剂,自由基清除剂,脱挥发分剂,滑动助剂,聚合反应抑制剂,交联催化剂,热不稳定的自由基引发剂,光引发剂,热可固化反应性稀释剂,可用光化射线固化的反应性稀释剂,促

粘剂,流平剂,成膜助剂,阻燃剂,腐蚀抑制剂,自由流动助剂,蜡,和消光剂。添加剂和染料的用量使得,在利用本发明颜料制剂制备或着色的粉末或常规涂料中,最终量是常规的和已知的有效量。

合适的添加剂和染料的例子描述于国际专利申请 WO 02/42384 A1, 第 12 页第 16 行至第 18 页第 25 行,第 23 页第 25 至 31 行,和第 25 页第 1 行至第 26 页第 21 行。更多的合适的添加剂详述在教科书“Lack-additive”[涂料添加剂]Johan Bieleman, Wiley-VCH, Weinheim, New York, 1998 中。

本发明颜料制剂可制备如下:将一种或多种颜料(A)或一种或多种颜料(A)和至少一种成分(D)在一种或多种载体材料(B)的熔体中或在一种或多种载体材料(B)和至少一种成分(D)的熔体中在不连续操作的分散装置中在 0.1 至 1.0, 优选 0.2 至 0.8, 和尤其是 0.2 至 0.6 kW/kg 的功率输入下分散 0.5 至 5 小时, 优选 0.75 至 4 小时, 和尤其是 0.75 至 3 小时, 并随后从分散装置中排出混合物(A/B)或(A/B/D)并将其冷却和凝固。

合适的不连续操作分散装置如用于充分混合高粘度物质的装置。只有这些分散装置能够在所需时间内输入用于将颜料(A)和, 如果存在, 成分(D)分散在熔体(B)或(B/D)中所需的功率/千克混合物(A/B)或(A/B/D)。优选使用双臂捏合机(参见 Ullmann 工业化学百科全书, CD-ROM 第五版, 1997 Wiley-VCH, Weinheim, 德国, “高度粘稠介质的混合”和 Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, “分散设备”)。

凝固混合物(A/B)或(A/B/D)被粉碎或造粒, 由此得到本发明颜料制剂。为了粉碎或造粒, 可使用粉末涂料制备领域或塑料粒料制备领域常规的和已知的研磨单元, 尤其冲击磨机或分级器磨机(参见 Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, “研磨”)。研磨所达到的细度可非常广泛地变化并主要取决于本发明颜料制剂的应用目的和尤其是它们如何具体地被进一步加工。本发明颜料制剂的平均颗粒尺寸优选为 10 $\mu$ m 至 1 mm。但也可设定更小或更大的

平均颗粒尺寸,如果特定应用目的对此有要求的话。

本发明颜料制剂可用于各种各样的应用目的。

它们优选用于制备或着色颜料化粉末,尤其颜料化粉末涂料和塑料粒料,其中颜料(A)的存在浓度取决于应用。为此,本发明颜料制剂可与颜料化粉末的其它成分按照所需比例预混合。所得的固体混合物可随后被再次熔化和,例如,在挤出机中匀化。所得匀化混合物在从挤出机中排出之后可被冷却,粉碎,研磨和,如果需要,分级。

根据应用目的,本发明的所得粉末被调节至不同的平均颗粒尺寸和颗粒尺寸分布。

例如,如果本发明粉末用作粉末涂料,平均颗粒尺寸优选为 1 至 200 $\mu\text{m}$ ,更优选 2 至 150 $\mu\text{m}$ ,和尤其是 3 至 100 $\mu\text{m}$ 。平均颗粒尺寸是指通过激光衍射方法测定的 50% 中值;即,50% 颗粒具有直径 $\leq$ 中值和 50% 颗粒具有颗粒直径 $\geq$ 中值。特别优选的是例如按照欧洲专利 EP 0 666 779 B1 所述设定窄颗粒尺寸分布。

另外,本发明的这些粉末涂料可分散在含水介质中,由此得到可象常规液体涂料那样处理的粉末涂料分散体或粉末淤浆(参见专利申请 DE 195 40 977 A1, DE 195 18 392 A1, DE 196 17 086 A1, DE 196 13 547 A1, DE 196 18 657 A1, DE 196 52 813 A1, DE 196 17 086 A1, DE 198 14 471 A1, DE 198 41 842 A1 或 DE 198 41 408 A1)。

在本发明的粉末涂料和粉末淤浆中,“着色强度储备”不存在或仅非常小,因此以一种非常好地可再现的方式得到具有突出使用性能分布的涂层。

如果本发明粉末用作塑料粒料,它们一般具有大于本发明粉末涂料和粉末淤浆的颗粒尺寸。平均颗粒尺寸优选为 200 $\mu\text{m}$  至 6 mm,尤其是 500 $\mu\text{m}$  至 6 mm。本发明的塑料粒料同样不具有或具有仅非常低的“着色强度储备”,并因此以一种非常好地可再现的方式得到具有突出使用性能的分布的塑料模塑配混物和薄膜。

另外本发明颜料制剂可用于制备和着色颜料化常规涂料,在此它们具有与制备和着色颜料化粉末时相同的优点。

但本发明颜料制剂和本发明粉末还可分散在有机溶剂(C)中并以该形式使用。合适的溶剂(C)的例子从 D. Stoye 和 W. Freitag(编者),“油漆,涂料和溶剂”,第二完全修正版,Wiley-VCH Weinheim, New York, 1998,“14.9.溶剂组”,第 327 至 373 页中得知。

优选使用不参加与本发明颜料制剂的成分的任何破坏性相互作用,和尤其是不损害颜料(A),具有用于载体材料(B)以及,若使用的话,用于其它成分(D)的高溶解力,并在实际中常见的干燥条件下容易蒸发的有机溶剂(C)。熟练技术人员因此能够容易地根据其已知的溶解力和其反应性而选择合适的有机溶剂(C)。尤其合适的有机溶剂(C)的例子描述于德国专利申请 DE 100 57 165 A1,第 6 页段落[0056]。

本发明颜料制剂在有机溶剂(C)中的分散就其方法而言没有特殊特点,而是可另外利用常规和已知的分散设备而进行(参见 Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York,“分散设备”)。

所得本发明分散体具有固体含量优选 20 至 80%,更优选 20 至 75%,和尤其是 25 至 70%重量。它们优选包含,分别基于分散体的固体,1 至 85%,更优选 1 至 80%,和尤其是 1 至 70%重量的至少一种颜料(A)和 15 至 99%,更优选 20 至 99%,和尤其是 30 至 99%重量的至少一种载体材料(B)。

本发明分散体特别适用于制备颜料化粉末和常规涂料以及用于制备混合体系。混合体系又同样特别适用于制备和/或用于着色颜料化粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料,以及常规涂料。

本发明粉末通过将本发明分散体施用到尺寸稳定颗粒的表面上,并部分,基本上完全,或完全蒸发一种或多种溶剂(C)而得到。

在该操作中,可仅施用一种本发明分散体。但本发明的粉末和工艺具有一个特殊优点:至少两种本发明分散体可同时或接续施用到尺寸稳定颗粒的表面上。这极大地扩展了用于改变和控制颜料(A)以及,如果合适,功能成分(D)在尺寸稳定颗粒中和/或上的物质组成和分布的可能性。

按照本发明有利的是,溶剂(D)在低于尺寸稳定颗粒的粘结剂的玻璃化转变温度  $T_g$  或最低成膜温度的温度下蒸发(参见 Römpp Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, 第 391 页,“最低成膜温度(MFFT)”)。

按照本发明进一步有利的是,尺寸稳定颗粒的平均颗粒尺寸和颗粒尺寸分布通过施用本发明分散体改变极小或根本不改变,除非这种改变是特定目标。例如,如果从具有相对低的平均尺寸的尺寸稳定颗粒出发且是要构造具有较大平均颗粒尺寸的本发明粉末,那么情况如此。在此同样带来用于控制和优化本发明粉末的制备和组成的新的可能性。

就本发明而言,“尺寸稳定”是指,在储存和使用粉末的常规和已知的条件下,颗粒仅经历极小的附聚和/或碎裂成较小颗粒,即使有的话,甚至在剪切力的作用下基本上保持其原始形式。

尺寸稳定颗粒的颗粒尺寸分布可相对宽地变化并取决于本发明粉末的具体应用目的。优选采用上述的平均颗粒尺寸和颗粒尺寸分布。

由于溶剂(C)的部分,基本上完全或完全蒸发,本发明粉末基本上没有有机溶剂,并因此是自由流动的和能够施用的。它们优选具有 $\leq 15\%$ 重量,更优选 $\leq 10\%$ 重量,和特别优选 $\leq 5\%$ 重量的残余挥发性溶剂含量。

尺寸稳定颗粒的组成可非常广泛地变化。它主要取决于本发明粉末是否热自交联,热外部交联,可用光化射线固化,或可通过双固化而固化。

如果尺寸稳定颗粒用于制备热自交联粉末,它们包含至少一种热自交联粘结剂或由其组成。合适的这些粘结剂的例子是上述的热自交联低聚物和聚合物(B)。

如果尺寸稳定颗粒用于制备热外部交联粉末,它们包含至少一种热外部交联粘结剂或由其组成。合适的这些粘结剂的例子是上述的热外部交联低聚物和聚合物(B)。颗粒优选进一步包含至少一种上述的功能成分(D),尤其是至少一种交联剂。

如果尺寸稳定颗粒用于制备光化射线可固化粉末,那么它们包含至少一种光化射线可固化粘结剂或由其组成。合适的这些粘结剂的例子是上述的光化射线可固化低聚物和聚合物(B)。颗粒优选进一步包含至少一种上述的功能成分(D),尤其是至少一种上述的光引发剂。

如果尺寸稳定颗粒用于制备可热和使用光化射线固化的粉末,那么它们包含至少一种双固化粘结剂或至少一种热可固化粘结剂和至少一种光化射线可固化粘结剂或由其组成。合适的这些粘结剂的例子是上述的双固化低聚物和聚合物(B)或热可固化低聚物和聚合物(B)和光化射线可固化低聚物和聚合物(B)。尺寸稳定颗粒优选进一步包含至少一种上述的功能成分(D),尤其是至少一种上述光引发剂和/或至少一种交联剂。

尺寸稳定颗粒的制备就其方法而言没有特殊特点,而是利用在开头所引用的已有技术中所述用于由粘结剂,尤其是粘结剂(B),以及,如果合适,功能成分(D)制备粉末涂料的技术和装置而进行。

尺寸稳定颗粒可以是使用至少一种颜料(A)以及,如果合适,还有至少一种功能成分(D)完成的粉末涂料或塑料粒料的前体。因此,例如,可用包含至少一种颜料(A)的本发明分散体涂覆彩色和/或效果粉末涂料的透明前体。

尺寸稳定颗粒也可以是其色调和/或光学作用以及,如果合适,其它功能性能需要随后调节的成品颜料化粉末,尤其成品颜料化粉末涂料或成品颜料化塑料粒料。随后的调节可能是必需的,例如,如果成品颜料化粉末涂料或成品颜料化塑料粒料是不合规格的批料。它也可以用于使符合旧规格的成品颜料化粉末涂料和塑料粒料适合新规格而无需新的制备活动。

本发明分散体与尺寸稳定颗粒之间的用量比率可非常宽地相互不同。在每种情况下,该比率被调整使得所有的成分以设定本发明粉末的具体所需性能分布所需的量存在。

对本发明粉末和工艺特别有利的是,除了颜料(A)外,粉末涂料中所常用的所有的功能成分(D)可按照该方式施用。因此,具有给定物质

组成的本发明粉末涂料或本发明塑料粒料也可通过本发明工艺的不同变型而制成,这样提供用于工艺优化的新的可能性。这同样适用于对成品颜料化粉末涂料和塑料粒料的物质组成和/或使用性能分布的随后调节。

也可使所谓的“通用”粉末成为该工艺的起始点,其中通用粉末按照将由其制成的本发明粉末的应用目的用任何各种各样的本发明分散体涂覆。

可利用用于涂覆固体颗粒的常规和已知的技术和装置将本发明分散体施用到尺寸稳定颗粒上。

按照本发明,有利地通过喷雾而施用本发明分散体。分散体优选在包含尺寸稳定颗粒的流化床中喷雾。

流化床原则上可使用任何适用于该目标的常规和已知的技术和装置而制成。优选的是使用流化床干燥器,尤其流化床喷雾干燥器,流化床喷涂器或流化床喷雾造粒机。具有尤其湍流的均匀混合装置的标准商业喷雾造粒机是尤其优选的。

流化床干燥器优选包含例如由 A. H. Lefebvre 在“雾化和喷雾”(1989 hpc, ISBN 0-89116-603-3)中所述的常规和已知的雾化单元。压力喷嘴和双流体喷嘴是优选的。特别优选的是双流动或多流动双流体喷嘴,例如由 Schlick, Lechler, Spraying System, Delavan 或 Gericke 公司提供。

在实施该工艺的过程中,尺寸稳定颗粒被连续或间歇地供给至流化床,其中它们被至少一种本发明分散体涂覆。如果使用材料不同的本发明分散体,那么它们优选喷雾在不同的位置上。如果仅使用一种本发明分散体,它也可在不同的位置上喷雾以优化其在流化床中的分布。在连续操作的情况下,应该确保窄停留时间分布。

在涂覆之后,排出涂覆的尺寸稳定颗粒,即,本发明粉末。涂覆的尺寸稳定颗粒可被返回至流化床(循环模式),其中它们被相同的本发明分散体和/或被其它分散体,尤其本发明分散体涂覆。为此,它们也可送到至少一个其它的流化床干燥器。

对该工艺特别有利的是,在从流化床干燥器中排出之后,本发明粉末涂料不再需要研磨和/或分级以设定所需颗粒尺寸分布或晶粒尺寸分布。

同样在此出现许多新的、用于控制和优化该工艺和本发明粉末的物质组成和使用性能分布的可能性。该工艺也可被控制,使得甚至热敏感的,催化活性和/或高度反应性的功能成分(D)也可被引入本发明粉末中,其中在用于制备粉末的常规和已知的工艺的条件下,存在着它们会分解或它们会进行非所需的过早交联反应的可能性。这种类型的功能成分(D)的例子是交联催化剂,交联剂如多异氰酸酯,或热不稳定的自由基引发剂。

但上述本发明粉末和工艺的主要优点在于,它们能够提供本发明的混合体系。

该混合体系用于制备粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料,和/或用于随后调节粉末,尤其粉末涂料和塑料粒料的物质组成和/或使用性能分布。它尤其用于随后调节具有不同的光学作用色度和/或强度的彩色和/或效果粉末所赋予的色调和/或光学作用。

混合体系包含至少两个调节模块(I)和至少一个固体模块(II)。优选的是采用3至50个调节模块(I)。

调节模块(I)在每种情况下包括一种包含上述成分(A),(B),和(C)以及,如果使用,(D)的分散体。颜料(A)可用于设定各种各样的色调和/或光学作用,且另外可以根据需要使用功能成分(D)以设定任何各种各样的使用性能,如,例如,光化射线固化或热固化的速率,抗腐蚀作用和/或气候稳定性。

调节模块(I)因此包含不同的彩色和/或效果颜料(A),这样得到可用以构成油漆混合体系的一系列基础颜色模块(I),该油漆混合体系能够对于由本发明粉末涂料制成的涂层或对于由本发明塑料粒料制成的模塑品和膜从仅几种基本颜色实现基本上无限数目的不同色调和/或光学作用。

具有不同的光学作用色度和/或强度的本发明粉末的物质组成优

选利用基于基础颜色模块(I)的调色公式体系而确定。

该混合体系进一步包含至少一个固体模块(II),其中包含至少一种,尤其是一种上述的尺寸稳定颗粒。例如,它可以是通用粉末。对特定种类的颗粒的选择主要取决于由其制成的本发明粉末的应用目的。

混合体系也包含至少一个混合单元,用于在确定的用量比例和温度下混合至少一个调节模块(I)的内容物和至少一个固体模块(II)的内容物。该混合单元优选为流化床干燥器。合适的流化床干燥器的例子是上述的那些。

该混合体系为粉末涂料和塑料粒料的制造者提供以下的主要优点:对于特定的应用目的,不再需要制备非常大量的成品粉末涂料或塑料粒料,而是可根据用户需求具体地调节或制备少量的精确地适合特定应用目的的粉末涂料或塑料粒料。所有这些还使得利用混合体系制备少量的塑料粒料或粉末涂料在经济上非常吸引人。

但本发明分散体以及基于它们的本发明混合体系也可非常有效地用于制备和着色常规涂料,本发明的所得常规涂料在意义上产生与以上对于本发明粉末所述的相同优点。

本发明粉末,尤其本发明粉末涂料,和本发明常规涂料因为它们突出的可再现的和有利的性能而可以广泛地应用。

因此,本发明粉末涂料和常规涂料可用于

-运输工具包括飞机,铁路车辆,船舶,人力车和机动车的车体的头道涂漆,用于内部和外部应用,以及这些车辆的部件,

-建筑的内部与外部涂漆,

-门,窗户,家具,和中空玻璃器具的涂漆,

-管线的涂覆,

-工业涂覆,包括卷材涂覆,容器涂覆,和机械,光学和电工元件的浸渍和/或涂覆;

-白色商品包括家用电器,锅炉和散热器的涂漆;和

-法兰,阀,壁柜衣橱,床架,绝缘盒,栅栏柱,园林设施,公路护栏,路标,购物篮,用于洗碗机的插入物,制动汽缸,实验室设备,和化工设

备的涂覆,

和颜料化塑料粒料用于制备模塑品和薄膜。

本发明的油漆体系,涂层,模塑品,和薄膜同样地具有突出的使用性能。

实施例和对比实验

实施例 1 至 3

颜料制剂 1 至 3 和分散体 1 至 3 的制备

实施例 1:

将 100 g 来自 DSM Kunstharze 的 Uralac® 3495 (含羧基的聚酯; 载体材料 B) 在 150°C 下在实验室捏合机 (型号 HKD T 06 D, 来自 Ika) 中熔化。将 200 g 金红石 2310 型二氧化钛 (来自 Kronos) (颜料 A) 分批引入所得熔体中。捏合机的扭矩升至约 14 Nm。将颜料制剂的所得熔体在 140°C 下捏合 1 小时 (功率输入: 0.32 kW/kg), 以熔体形式排出和在冷却之后, 利用实验室磨机粉碎以得到平均颗粒尺寸 < 1 mm。将 100 g 粉碎的颜料制剂与 150 g 丙酮一起在溶解器中充分搅拌 20 分钟。所得分散体在储存时稳定和产生高光泽涂膜 (参见表 1)。

实施例 2 和 3:

重复实施例 1, 其中只是在实施例 2 中将 200 g 二氧化钛替换为 100 g Hostaperm® Yellow H4G 和在实施例 3 中替换为 100 g Irgalith® Blue PDS 6 (Ciba) 作为颜料 (A)。所得分散体在储存时稳定和产生高光泽涂膜 (参见表 1)。

对比实验 C1 至 C3

分散体 C1 和 C3 的制备

对比实验 C1:

向装有 230 g 直径 1 至 1.25 mm 的二氧化锆研磨介质的实验室搅拌机 (型号 Dispermat® SL, 来自 Getzmann) 中装入使用溶解器预混合的由 133 g 金红石 2310 型二氧化钛, 67 g Uralac® 3495 和 300 g 丙酮形成的分散体并在 3000 rpm 下进行研磨直至涂膜的光泽是恒定的。为此所需的研磨时间是 2 小时。涂膜的光泽测量结果可在表 1 中

找到。

对比实验 C2 和 C3:

重复对比实验 C1,但在对比实验 C2 中将 133 g 二氧化钛和 67 g Uralac® 3495 替换为 100 g Hostaperm® Yellow H4G 和 100 g Uralac® 3495,而在对比实验 C3 中替换为 100 g Irgalith® Blue PDS 6 (Ciba) 和 100 g Uralac® 3495。对比实验 C2 和 C3 中的研磨时间是 2.5 小时。涂膜的光泽测量结果也可在表 1 中找到。

表 1 汇总了实施例 1 至 3 和对比实验 C1 至 C3 的干膜厚度 40 $\mu$ m 时涂膜的光泽测量值,按照 DIN 67530(60°)。可在实施例 1 和对比实验 C1,实施例 2 和对比实验 C2,和实施例 3 和对比实验 C3 之间直接比较。该比较显示,实施例 1 至 3 的分散体 1 至 3 的涂膜光泽优于对比实验 C1 至 C3 的分散体 C1 至 C3 的涂膜。

表 1: 实施例 1 至 3 和对比实验 C1 至 C3 的分散体在干膜厚度 40 $\mu$ m 时的涂膜光泽测量值,按照 DIN 67530(60°)。

实施例或对比实验	光泽
1	88
C1	70
2	69
C2	33
3	68
C3	47

实施例 4 和 5 (本发明) 和对比实验 C4 和 C5

实施例 4 和 5 的分散体 4 和 5 和对比实验 C4 和 C5 的分散体 C4 和 C5 的制备

对于实施例 4, 将 25 g 来自实施例 2 的粉碎颜料制剂 2 和 75 g 来自实施例 1 的粉碎颜料制剂 1 使用溶解器分散在 150 g 丙酮中。

对于实施例 5, 将 10 g 来自实施例 3 的粉碎颜料制剂 3 和 90 g 来自实施例 1 的粉碎颜料制剂 1 使用溶解器分散在 150 g 丙酮中。

对于对比实验 C4, 将来自对比实验 C1 和 C2 的分散体 C1 和 C2 按照比率 3:1 相互混合。

对于对比实验 C5, 将来自对比实验 C1 和 C3 的分散体 C1 和 C3 按照比率 9:1 相互混合。

由分散体 4, 5, C4 和 C5 制备得到干膜厚度 40 $\mu$ m 的遮盖涂膜。分散颜料的(相对)颜色强度当量(CSE)(参见 Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, “颜色强度”, 和 DIN ISO 787, 第 24 部分)用该涂膜确定。可在实施例 4 和对比实验 C4 之间, 和在实施例 5 和对比实验 C5 之间进行比较。在这种情况下, 对比实验的涂膜形成在所有情况下的标准(CSE=100), 其中与其比较的涂膜具有 CSE 值 <100 (较好的颜色强度) 或 >100 (较低的颜色强度)。

结果可在表 2 中找到。实施例 4 和 5 的涂膜的相对颜色强度 CSE<100。这强调, 与按照对比实验 C4 和 C5 分散的颜料相比, 按照实施例 4 和 5 分散的颜料以明显较小的量得到相同的色彩作用。

表 2: 按照实施例 4 和 5 和按照对比实验 C4 和 C5 分散的颜料的颜色强度当量(CSE)

实施例或对比实验	CSE
4	75
C4	100
5	65
C5	100

实施例 6 和对比实验 C6

## 实施例 6 的分散体 6 和对比实验 C6 的分散体 C6 的制备

### 实施例 6:

对于实施例 6, 重复实施例 2, 但将 100 g Hostaperm® Yellow H4G 替换为 100 g 来自 BASF AG 的 Heliogen Green L 8630。这样得到粉碎的颜料制剂 6。

为了制备分散体 6, 将 10 g 粉碎的颜料制剂 6 和 90 g 来自实施例 1 的粉碎颜料制剂 1 使用溶解器分散在 150 g 丙酮中。使用一部分新制备的分散体 6, 立即得到干膜厚度 40 $\mu\text{m}$  的遮盖涂膜。该涂膜形成用于对比的参考值。另外, 在放置时间 1 小时, 2 小时和 20 小时之后得到涂膜(干膜厚度 40 $\mu\text{m}$ )。随后, 按照 DIN 6174 确定与参考值相比的涂膜的色度性能 DE\*。结果可在表 3 中找到。

### 对比实验 C6:

对于对比实验 C6, 重复对比实验 C2, 但将 100 g Hostaperm® Yellow H4G 替换为 100 g Heliogen Green L 8630。至恒定光泽时的研磨时间是 3 小时。这样得到分散体 C6 的前体。

将前体与来自对比实验 C1 的分散体 C1 按照比率 1:9 混合在一起。这样得到分散体 C6。使用一部分新制备的分散体 C6, 立即得到干膜厚度 40 $\mu\text{m}$  的遮盖涂膜。该涂膜形成用于对比的参考值。另外, 在放置时间 1 小时, 2 小时和 20 小时之后得到涂膜(干膜厚度 40 $\mu\text{m}$ )。随后, 按照 DIN 6174 确定与参考值相比的涂膜的色度性能 DE\*。结果可再次在表 3 中找到。

色度数据的比较显示, 作为放置时间的函数, 分散体 C6 的涂膜的 DE\* 的变化程度明显大于分散体 6 的涂膜的 DE\*。这强调, 分散体 6 明显比分散体 C6 更稳定。

表 3: 分散体 6 (实施例 6) 和 C6 (对比实验 C6) 作为其放置时间函数的涂膜按照 DIN 6174 的色度性能 DE\*

实施例	按照 DIN 6174 的 DE*:				
对比实验	分散体的放置时间 (h):	0	1	2	20
6	参考值	0	0.2	0.3	
C6	参考值	0.5	0.8	分散体胶凝	

### 实施例 7 和对比实验 C7

粉末涂料 7 (实施例 7) 和 C7 (对比实验 C7) 和相应的涂漆层的制备  
实施例 7:

将 150 g 来自实施例 1 的粉碎颜料制剂 1 和 50 g 来自实施例 2 的粉碎颜料制剂 2 与 300 g 丙酮充分混合 20 分钟。混合物随后用另外 900 g 丙酮稀释。这样得到分散体 7。

### 对比实验 C7:

将 375 g 来自对比实验 C1 的分散体 C1 和 125 g 来自对比实验 C2 的分散体 C2 使用高速度搅拌器混合 20 分钟。混合物随后用另外 900 g 丙酮稀释。这样得到分散体 C7。

粉末涂料 7 (实施例 7) 和 C7 (对比实验 C7) 和相应的涂漆层的制备:

相互独立地在实验室流化床设备中, 将分散体 7 和 C7 分别在 1 小时内喷涂到在每种情况下 2200 g 未颜料化的、聚酯基市购可得的粉末涂料上。在流化床内的产品温度最大是 35°C。在喷雾操作结束之后, 将所得粉末涂料 7 和 C7 在 35°C 下后干燥 30 分钟并随后排出。

互相独立地在粉末涂覆装置中, 将粉末涂料 7 和 C7 施用到钢板上, 在每种情况下膜厚度为 180 g/m<sup>2</sup>。所得粉末涂料膜在 180°C 下固化 10 分钟。这样得到涂漆层 7 和 C7, 测量其表面, 遮盖力和机械性能。结果可在表 4 中找到。

结果比较表明, 涂漆层 7 在光泽, 遮盖力和机械性能方面优于涂漆层 C7。

表 4: 涂漆层 7 (实施例 7) 和 C7 (对比实验 C7) 的使用性能

实施例 对比实验	光泽 a)	冲击试验 b) (英寸/磅)	Erichsen 杯吸 c) (mm)	遮盖力 d) (%)
6	87	40/20	<2	100
C6	82	20/10	8	76

a) 按照 DIN 67530 (60°);

b) 按照 ASTM D 2794;

c) 参见 Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, "Erichsen cupping";

d) 通过测量相对颜色强度 (CSE) (参见实施例 4 和 5 和对比实验 C4 和 C5) 而确定。