



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102277028 A

(43) 申请公布日 2011.12.14

(21) 申请号 201010247236.7

(22) 申请日 2010.08.06

(30) 优先权数据

102010029945.6 2010.06.10 DE

(71) 申请人 赢创德固赛有限公司

地址 德国埃森

(72) 发明人 G. 林德纳 K. 梅尔 C. 席林

H. D. 克里斯汀

(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 11038

代理人 宓霞

(51) Int. Cl.

C09D 7/12 (2006.01)

C09D 4/02 (2006.01)

C09C 1/28 (2006.01)

C09C 3/12 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

C09D 11/02 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 20 页

(54) 发明名称

用于 UV 套印漆的新型消光剂

(57) 摘要

本发明涉及经消光的含有二氧化硅的 UV 套印漆,所述二氧化硅的表面通过用含多重键的有机基聚硅氧烷处理而如下改性,使得其尤其好地适于用作 UV 涂料和印刷油墨的消光剂,以及涉及其制备方法。

1. UV 涂料,其特征在于,其包含至少一种经表面改性的二氧化硅,其中至少部分所述二氧化硅粒子用至少一种有机基聚硅氧烷覆盖,并且至少一种有机基聚硅氧烷包含至少一个多重键。

2. 根据权利要求 1 的 UV 涂料,其特征在于,所述二氧化硅是沉淀法二氧化硅或热解法二氧化硅或半凝胶或硅胶,优选沉淀法二氧化硅。

3. 根据权利要求 1 或 2 之一的 UV 涂料,其特征在于,所述经表面改性的二氧化硅具有至少一种下述物理-化学参数:

d_{50} : 1-50 μm , 优选 1-40 μm , 尤其优选 1-30 μm , 特别优选 2-20 μm 和非常特别优选 3-15 μm

DBP: 100g/100g-600g/100g, 优选 150g/100g-500g/100g, 尤其优选 200g/100g-450g/100g 和特别优选 250g/100g-400g/100g

C 含量: 1 重量%-20 重量%, 优选 1 重量%-10 重量%和尤其优选 2 重量%-8 重量%。

4. 根据权利要求 1 至 3 中任一项的 UV 涂料,其特征在于,所述经表面改性的二氧化硅将折射率 $n_{D20} = 1.4000$ 至 1.5000 的包含 5 重量%该经改性的经表面改性的二氧化硅的 UV 涂料的透射率,与包含 5 重量%用聚乙烯蜡处理的参比二氧化硅的等同涂料相比改进至少 20%。

5. 根据权利要求 4 的 UV 涂料,其特征在于,所述参比二氧化硅是 **ACEMATT[®] OK 607**。

6. 根据权利要求 1 至 5 中任一项的 UV 涂料,其特征在于,所述有机基聚硅氧烷包含至少一个碳-碳双键和/或至少一个碳-碳三键。

7. 根据权利要求 6 的 UV 涂料,其特征在于,所述有机基聚硅氧烷是有机硅聚醚丙烯酸酯聚合物和/或有机硅聚醚甲基丙烯酸酯聚合物,优选羟基官能的硅氧烷和/或聚亚烷基改性的硅氧烷的丙烯酸酯和/或甲基丙烯酸酯。

8. 根据权利要求 7 的 UV 涂料,其特征在于,所述聚硅氧烷具有 5 重量%至 50 重量%, 优选 5 重量%至 40 重量%, 尤其优选 10 重量%至 30 重量%和非常尤其优选 10 重量%至 20 重量%的聚醚过量。

9. 根据权利要求 1 至 8 中任一项的 UV 涂料,其特征在于,其是清漆或色漆。

10. 根据权利要求 1 至 9 中任一项的 UV 涂料,其特征在于,其含有基于反应性单体和/或低聚物的粘结剂,所述反应性单体和/或低聚物优选是丙烯酸酯或经取代的丙烯酸酯的反应性单体和/或低聚物,尤其优选环氧丙烯酸酯、聚酯丙烯酸酯、聚醚丙烯酸酯、低聚醚丙烯酸酯或聚氨酯丙烯酸酯。

11. 根据权利要求 1 至 10 中任一项的 UV 涂料,其特征在于,其含有 3 重量%至 30 重量%, 优选 5 重量%至 20 重量%和非常尤其优选 8 重量%至 15 重量%的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅和/或至少一种选自光敏引发剂、流平剂、抗氧化剂、颜料、微晶蜡、有机溶剂和水的组分。

12. 制备按照权利要求 1 至 8 中任一项中定义的经表面改性的二氧化硅的方法,其特征在于,将经干燥的二氧化硅或二氧化硅的悬浮液或滤饼与至少一种包含至少一个多重键的有机基聚硅氧烷接触。

13. 根据权利要求 12 的方法,其特征在于,其包括至少一个下述步骤:

a) 将碱金属硅酸盐溶液与酸化剂,优选在碱性至弱酸性条件下反应,

- b) 进一步加入酸化剂,以调节 7 至 2 的 pH 值,从而获得二氧化硅悬浮液,
- c) 过滤出所沉淀出的固体和
- d) 借助长时间干燥,例如转筒式干燥器或盘式干燥器,或者借助快速干燥,例如喷雾干燥器、旋转闪蒸干燥器,而干燥所述固体,使得产物具有小于 10% 的残余湿度,
- e) 用至少一种包含至少一个多重键的有机基聚硅氧烷来处理如此获得的二氧化硅。
14. 根据权利要求 12 的方法,其特征在于,加入 0.5 重量% -30 重量% 的根据权利要求 6-8 中任一项的表面改性用聚硅氧烷。
15. 根据权利要求 13 或 14 的方法,其特征在于,按照步骤 c) 过滤出来并任选地用去离子水洗涤的二氧化硅用水或硫酸或水与硫酸的混合物重新悬浮,随后将根据权利要求 6-8 中任一项的表面改性用有机基聚硅氧烷加入悬浮液中,将如此获得的悬浮液干燥,优选喷雾干燥,尤其优选使得产物具有小于 10 重量% 的残余湿度。
16. 根据权利要求 13 或 14 的方法,其特征在于,向步骤 d) 之后的二氧化硅中掺入根据权利要求 6-8 中任一项的表面改性用有机基聚硅氧烷并将其充分混合,优选持续 0 至 120 分钟。
17. 根据权利要求 16 的方法,其特征在于,将所述二氧化硅和所述有机基聚硅氧烷继续混合 0-2h 和 / 或在 20 至 150°C 下进行热处理。
18. 根据权利要求 12 至 17 中任一项的方法,其特征在于,在经表面改性的二氧化硅的干燥之后进行研磨,和 / 或分离出直径大于 50 μm 的粒子。
19. 根据权利要求 12 的方法,其特征在于,将二氧化硅,优选沉淀法二氧化硅或热解法二氧化硅或半凝胶或硅胶在研磨设备,优选喷射磨中,同时进行研磨和表面改性。
20. 根据权利要求 19 的方法,其特征在于,研磨气体具有 ≤ 4 巴 (绝对) 的压力和 / 或小于或等于 180°C, 优选小于 100°C 的温度。
21. 制备 UV 涂料的方法,其特征在于,其包括按照权利要求 12 至 20 中任一项的方法步骤。
22. 根据权利要求 21 的方法,其特征在于,将按照权利要求 1 至 8 中任一项中定义的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅或按照权利要求 12 至 20 中任一项制备的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅掺入 UV 涂料组合物中。
23. 根据前述权利要求 1-11 中任一项的 UV 涂料组合物用于制备 UV 套印漆的用途。
24. UV 套印漆,其可使用根据权利要求 1-11 中任一项的涂料组合物而获得。
25. 根据权利要求 21 的方法,其特征在于,将按照权利要求 1 至 8 中任一项中定义的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅或按照权利要求 12 至 20 中任一项制备的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅掺入 UV 套印印刷油墨组合物中。

用于 UV 套印漆的新型消光剂

技术领域

[0001] 本发明涉及经消光的含有二氧化硅的 UV 套印漆 (**Überdrucklacke**), 所述二氧化硅的表面通过用含多重键的有机基聚硅氧烷处理而如下得到改性, 使得其尤其好地适于作为 UV 套印漆和印刷油墨的消光剂使用, 以及制备所述 UV 套印漆和印刷油墨或经表面改性的二氧化硅的方法。例如, 使用 UV 套印漆, 以将经印刷的区域消光。

背景技术

[0002] UV 涂料、UV 套印漆或印刷油墨的消光一直以来都是重大问题。与其它涂料体系相反, 对于 UV 涂料和 UV 套印漆来说在固化期间不会发生收缩。由此不能形成粗糙表面和作为消光剂加入的粒子不能发挥其消光作用。

[0003] 在广泛的研究中 (参见 RadTech Europe 2005 Conference and Exposition), H. D. Christian 测试了在 UV 涂料中作为消光剂的各种不同的热解法和沉淀法二氧化硅 (**Kieselsäuren**)。不仅测试了未经处理的二氧化硅而且还测试了用 PE 蜡涂覆的二氧化硅以及用聚硅氧烷涂覆的二氧化硅。Christian 得到的结果是, UV 涂料的消光仍旧是复杂的问题, 并且在该研究中未能表明哪种消光剂是选择用于 UV 涂料的消光剂。

[0004] 因此, 仍旧非常需要专门针对 UV 涂料、UV 套印漆和印刷油墨的消光开发的基于二氧化硅的消光剂。

发明内容

[0005] 任务

[0006] 因此, 本发明的任务是, 提供经表面改性的二氧化硅, 其在用作 UV 涂料、UV 套印漆和印刷油墨的消光剂, 尤其是 UV 固化性清漆中的消光剂的情况下, 相比于迄今已知的基于二氧化硅的消光剂显示更佳的应用技术性能。同样意于提供制备经表面改性的二氧化硅的方法, 以及提供制备所述涂料和印刷油墨的方法。

[0007] 其它并未明确提及的任务产生自后续说明书、实施例和权利要求书的总的上下文。

[0008] 解决方案

[0009] 已经令人惊奇地发现, 采用含多重键的有机基聚硅氧烷对二氧化硅进行的表面改性导致产生优异地适于作为 UV 涂料、UV 套印漆和印刷油墨, 特别是 UV 固化性清漆的消光剂的产品。

[0010] 除了特别难于消光的 UV 涂料以外, 采用根据本发明的产品甚至可以优异地将所有其它涂料体系消光。

[0011] 在此已经发现, 根据本发明的 UV 固化性涂料也可以优异地用作印刷油墨和 UV 套印漆。

[0012] 根据本发明的 UV 固化性套印漆由于新的根据本发明的消光剂而还具有这样的优点: 其尤其在液态下与用经 PE 蜡涂覆的二氧化硅消光的 UV 涂料相比具有改进的透明性。

此处,聚硅氧烷改性的二氧化硅的沉降性能至少与聚乙烯蜡(PE 蜡)改性的二氧化硅的沉降性能一样好。因此,根据本发明使用的用包含多重键的聚硅氧烷涂覆的二氧化硅相对于经常导致清漆起雾的用 PE 蜡覆盖的消光剂具有优点。

[0013] 已发现,可以通过用含多重键的有机基聚硅氧烷涂覆来使二氧化硅改性,使得折射率为 1.4000 至 1.5000 的其中掺入根据本发明的二氧化硅的 UV 涂料具有优异的透明性。相比于包含常规的用 PE 蜡覆盖的二氧化硅作为消光剂并且折射率为 1.4000 至 1.5000 的 UV 涂料,包含根据本发明的二氧化硅作为消光剂的等同涂料显示显著改进的透明性,甚至在液体形式下也如此,其中沉降性能优异。用常规消光剂消光的清漆在液态下通常是浑浊的,与此相反用根据本发明的沉淀法二氧化硅消光的清漆甚至在液体形式下也是基本上澄清和透明的。

[0014] 本发明的主题因此是 UV 套印漆和印刷油墨,优选 UV 固化性清漆,其含有至少一种经表面改性的二氧化硅,其特征在于,至少部分所述二氧化硅粒子用至少一种有机基聚硅氧烷覆盖,并且至少一种有机基聚硅氧烷包含至少一个多重键。

[0015] 本发明的主题此外是制备根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅的方法,其特征在于,将经干燥的二氧化硅或二氧化硅的悬浮液或滤饼与至少一种包含至少一个多重键的有机基聚硅氧烷接触。

[0016] 所述根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅优选是无定形二氧化硅,尤其优选是沉淀法二氧化硅、热解法二氧化硅、半凝胶或硅胶。所述二氧化硅类型之间的区别是本领域技术人员已知的并且可以查阅例如 Ullmanns Encyclopedia of Chemistry(乌尔曼工业化学大全),第 5 版,第 23 卷。由于经济原因和其表面性质,也即对于聚硅氧烷而言的偶联位置的数目,尤其优选沉淀法二氧化硅、半凝胶和硅胶。

[0017] 非常特别优选使用沉淀法二氧化硅。

[0018] 术语“沉淀法二氧化硅”和“沉淀二氧化硅”在本发明范围内同义地使用。同样同义地使用术语“有机基聚硅氧烷”和“聚有机基硅氧烷”。

[0019] 根据本发明使用的二氧化硅优选通过至少一种下述物理-化学参数来表征:

[0020] 已经表明,根据本发明使用的二氧化硅的 DBP 值在某种程度上可以与消光效率相关联。再者,DBP 值是重要的,以保证有机基聚硅氧烷的最佳吸收。因此,根据本发明使用的二氧化硅的 DBP 值优选为 100g/100g-600g/100g,尤其优选 150g/100g-500g/100g,非常特别优选 200-450g/100g 和特别优选 250g/100g-400g/100g。

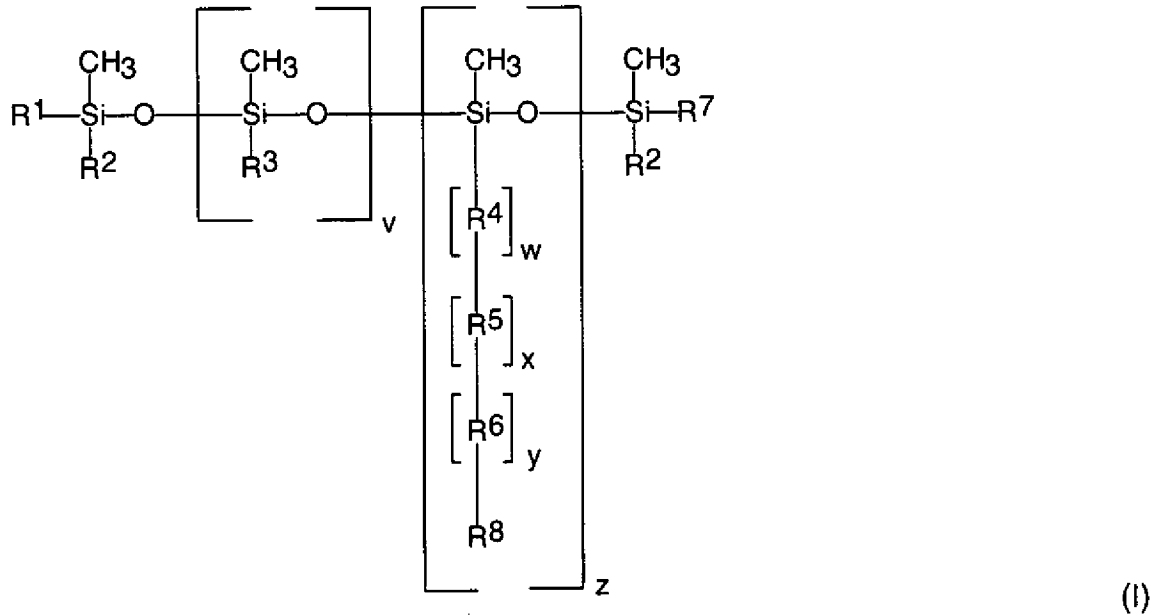
[0021] 为了能够实现尤其好的消光作用,但是同时也使得可以实现不过分粗糙的涂层表面,根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅的平均粒子尺寸 d_{50} 优选为 1 μm -50 μm ,特别优选 1 μm -40 μm ,非常特别优选 1 μm -30 μm ,特别优选 2 μm -20 μm 和非常特别优选 3 μm -15 μm 。平均粒子尺寸可以根据套印漆层的层厚而改变。

[0022] 表面改性影响了根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅的沉降行为。已经表明,尤其有利的是,根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅的碳含量为 1 重量%-20 重量%,尤其优选 1 重量%-10 重量%和非常特别优选 2 重量%-8 重量%。

[0023] 作为表面改性用的有机基聚硅氧烷,使用包含多重键,优选包含至少一个碳-碳双键和/或三键的有机基聚硅氧烷。不受特定理论束缚,本发明的发明人的观点是,多重键在 UV 固化中交联在一起,这对消光作用产生有利影响。

[0024] 特别优选使用有机硅聚醚丙烯酸酯聚合物或有机硅聚醚甲基丙烯酸酯聚合物。非常特别优选使用羟基官能的硅氧烷和 / 或聚亚烷基改性的硅氧烷的丙烯酸酯和 / 或甲基丙烯酸酯。尤其优选使用有机基聚硅氧烷, 其通过丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸或丙烯酸酯和 / 或甲基丙烯酸酯在酯化或酯交换催化酶的存在下与通式 (I) 的羟基官能的和 / 或聚氧化亚烷基改性的硅氧烷衍生物进行酯化或酯交换而获得

[0025]



[0026] 其中

[0027] R^1 和 / 或 $R^7 = R^2$ 或 $[R^4]_w - [R^5]_x - [R^6]_y - R^8$,

[0028] $R^2 = R^3$ 或 $\neq R^3$ 表示相同或不同的具有 1 至 24 个碳原子的烷基或亚烷基 (Alkylenreste) 或具有最多至 24 个碳原子的任选经取代的苯基,

[0029] $R^4 =$ 式 O、NH、NR²、S 的二价基团或式 $(OSi(CH_3)_2)_u$ 的基团, 其中

[0030] $u = 1$ 至 200,

[0031] $R^5 =$ 相同或不同的具有 1 至 24 个碳原子的烷基或亚烷基, 或

[0032] $C_nH_{2n-f}R_f^2 - R^4 - C_mH_{2m-g}R_g^2$, 其中

[0033] $f = 0$ 至 12,

[0034] $g = 0$ 至 12,

[0035] $n = 1$ 至 18,

[0036] $m = 1$ 至 18,

[0037] $R^6 = O - (C_2H_{4-a}R_a^2O)_b (C_cH_{2c}O)_d$, 其中

[0038] $a = 0$ 至 3,

[0039] $b = 0$ 至 100,

[0040] $c = 2$ 至 12,

[0041] $d = 0$ 至 100,

[0042] $(b+d)$ 的和 = 1 至 200

[0043] 和单个聚氧化亚烷基链段 $(C_2H_{4-a}R_a^2O)_b$ 和 $(C_cH_{2c}O)_d$ 的顺序可以是任意的, 和尤其包括嵌段共聚物, 如无规聚合物, 及其组合, 或

[0044] $R^6 = O_e - C_h H_{2h} - C_i H_{2i-j} R^9_j$, 其中

[0045] $e = 0$ 或 1 ,

[0046] $h = 0$ 至 24 ,

[0047] $i = 0$ 至 24 ,

[0048] $j = 1$ 至 3 ,

[0049] $(w+e)$ 的和 = 0 至 1

[0050] 和 R^9 在每种情况下代表式 O 的二价基团、羟基、式 $C_h H_{2h}$ 的基团或式 $C_k H_{2k-1} (OH)_1$ 的基团, 其中

[0051] $k = 0$ 至 24 和

[0052] $1 = 1$ 至 3 ,

[0053] $R^8 =$ 氢基或一价有机基团, 当 y 等于 1 时, 其中每分子必须存在至少一个氢基, 或表示 OH 基或一价有机基团, 当 $y = 0$ 时, 其中每分子存在至少一个 OH 基,

[0054] $v = 0$ 至 200 ,

[0055] $w = 0$ 或 1 ,

[0056] $x = 0$ 或 1 ,

[0057] $y = 0$ 或 1 ,

[0058] $z = 0$ 至 200

[0059] 和 $(w+x+y)$ 的和 = 1 至 3

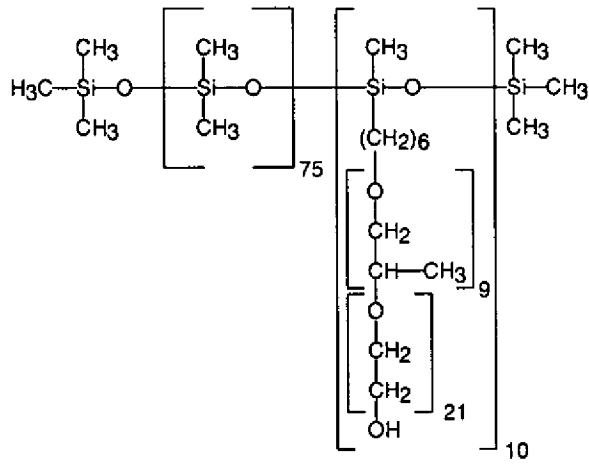
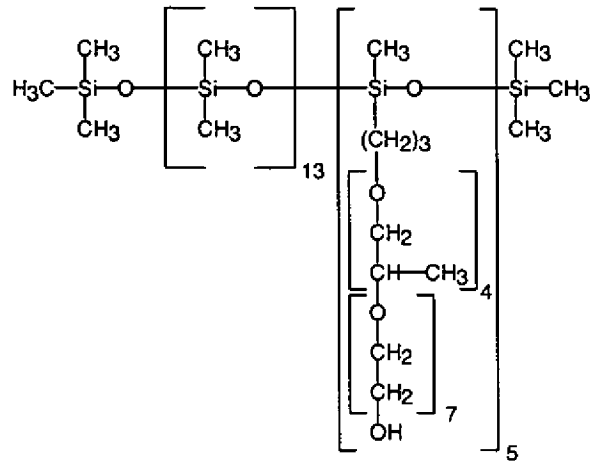
[0060] 和当 $z = 0$ 时, R^1 和 / 或 R^7 等于 $[R^4]_w - [R^5]_x - [R^6]_y - R^8$

[0061] 和当 $x = 0$ 时, 那么 w 也 = 0 。

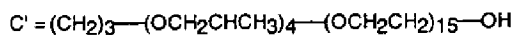
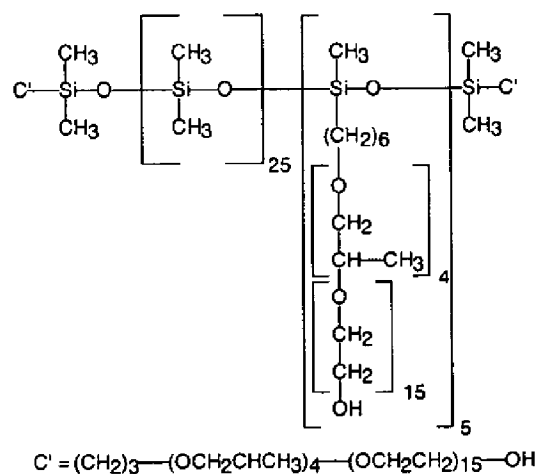
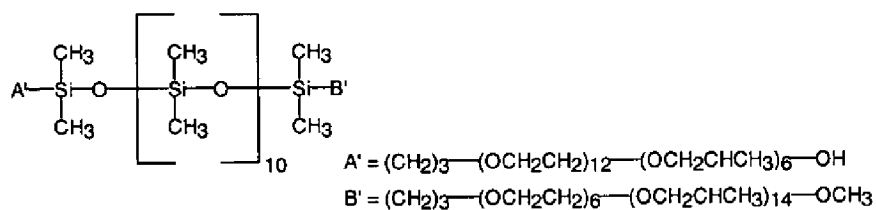
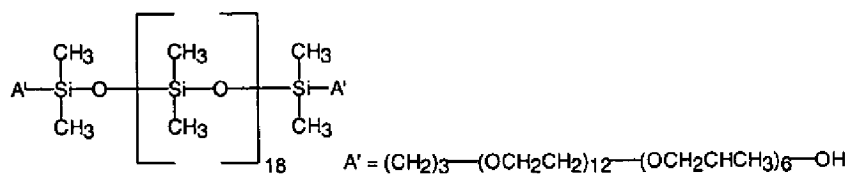
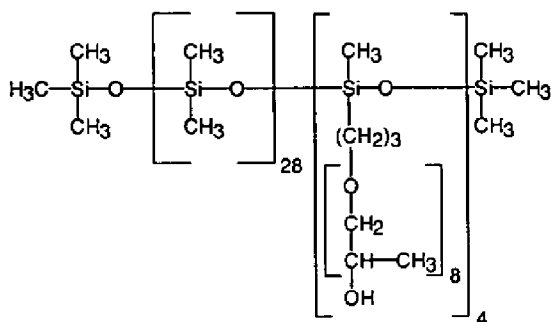
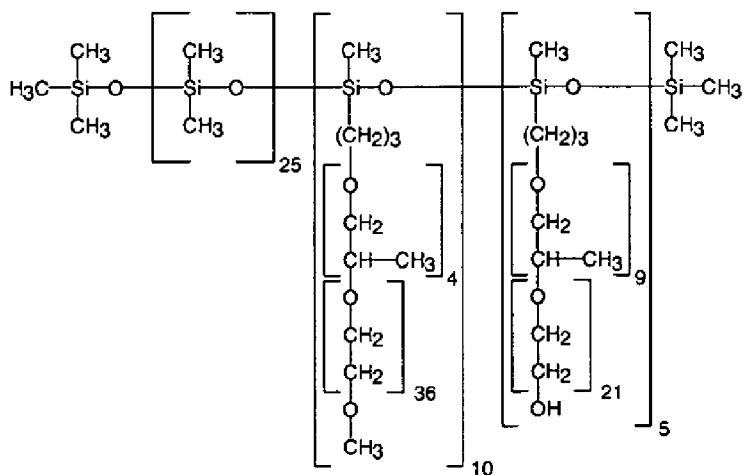
[0062] 本领域技术人员熟悉的是, 所述化合物以混合物形式存在, 该混合物具有基本上由统计学定律调节的分布。特别是指数 b 、 d 、 u 、 v 和 z 的值因此代表平均值。

[0063] 根据本发明可以通过酶催化的丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸或丙烯酸酯和 / 或甲基丙烯酸酯的酯化或酯交换而反应的硅氧烷衍生物的实例是:

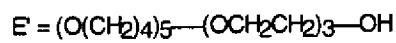
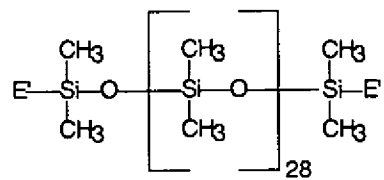
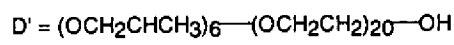
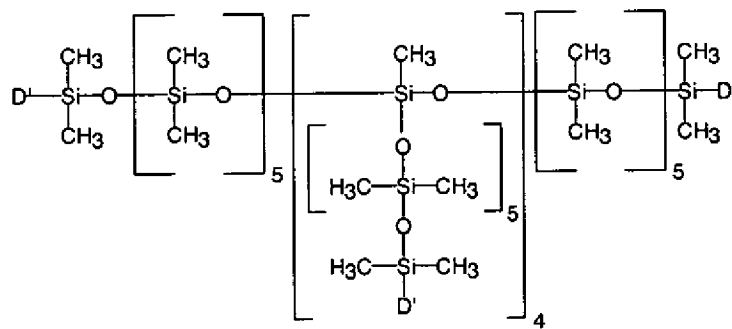
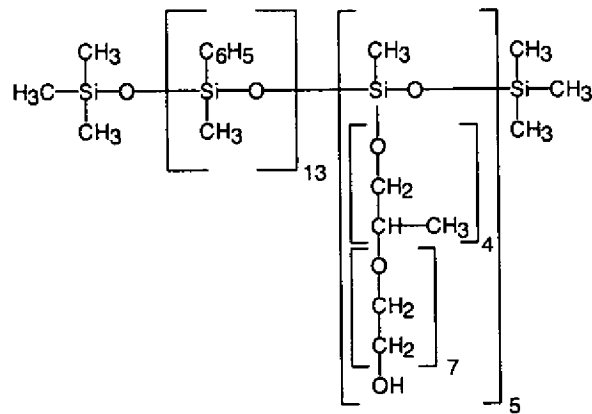
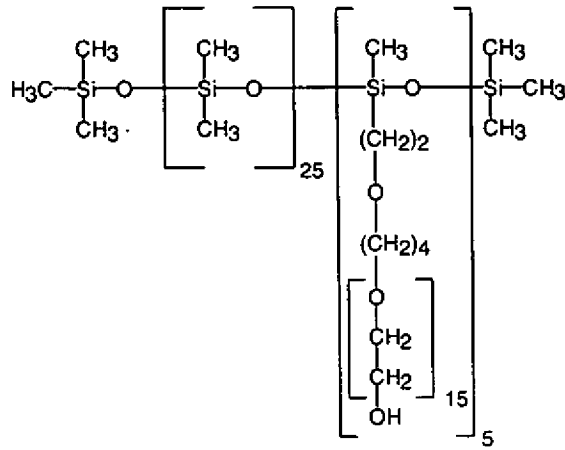
[0064]



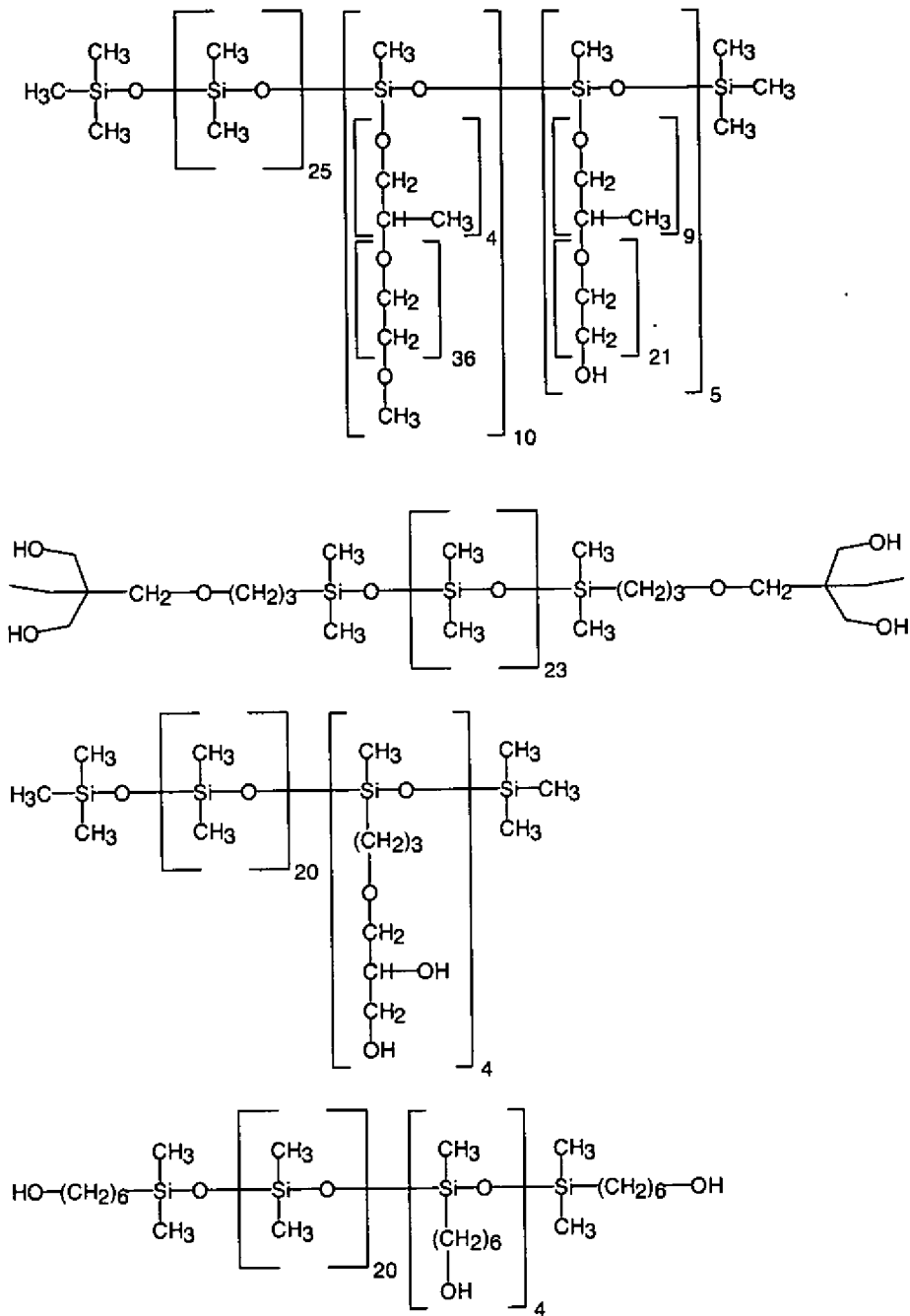
[0065]



[0066]



[0067]



[0068] 丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸或丙烯酸酯和 / 或甲基丙烯酸酯与上述化合物在低温, 尤其是 20°C 至 100°C, 优选 40°C 至 70°C, 和温和条件下的酶催化酯化或酯交换由于以下原因是有利的: 产物的较浅颜色, 避免形成可能在其它情况下例如源自化学催化剂的副产物, 从产物中不复杂地去除酶催化剂, 和避免不希望且不受控制的丙烯酰基和 / 或甲基丙烯酰基化合物的自由基聚合。

[0069] 按照这种方式可获得的丙烯酰基和 / 或甲基丙烯酰基官能的硅氧烷衍生物的特征在于, 所有初始存在的羟基的 5% 至 100% 已经反应生成丙烯酸酯和 / 或甲基丙烯酸酯。

[0070] 用丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸的酯, 特别是甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯或甲基丙烯酸丁酯和 / 或丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯或丙烯酸丁酯作为供体分子的情况下, 丙烯酰基化和 / 或甲基丙烯酰基化以高收率最佳地进行。

[0071] 优选可以作为催化剂使用的酶是水解酶, 特别是酯酶、脂肪酶和蛋白酶。其具体实

例是 **Novozym®** 435。所述酶可以以纯物质形式或在载体上的固定化的形式使用，所述酶在所述载体上以化学或物理方式结合。酶催化剂的量基于所用经改性的硅氧烷计特别是，0.1 重量%至 20 重量%，优选 1 重量%至 10 重量%。反应时间取决于酶催化剂的用量和活性并为例如最多至 48 小时，优选最多至 24 小时。

[0072] 为了在简单反应条件下快速达到高转化度，有利的是在反应混合物中使用过量为至少 10 重量%的丙烯酸或甲基丙烯酸和 / 或其相应的酯（作为供体）。

[0073] 生产系统的特征可以是搅拌釜式反应器或固定床反应器。该搅拌釜式反应器可以装有用于蒸除从丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸供体释放的链烷醇或由丙烯酸和 / 或甲基丙烯酸释放的水的装置。

[0074] 优选进行反应直到达到所希望的转化率。优选采用同时蒸馏的反应进程，原因是反应水或反应链烷醇的去除导致由于反应平衡的移动而在较短的反应时间内达到较高的转化率。

[0075] 为了达到最可能高的转化度，推荐去除反应水或反应链烷醇。

[0076] 在反应结束之后，酶催化剂可以通过合适手段，例如过滤或倾析来分离，并任选多次使用。

[0077] 所述固定床反应器配备了固定化酶，其中反应混合物被泵送通过填充有催化剂的柱。采用在载体上固定化的酶，也可以将反应在沸腾床中进行。

[0078] 反应混合物可以连续地泵送通过柱，其中采用流速来控制停留时间并由此控制希望的转化率。还可以将反应混合物循环地泵送通过柱，其中也可以在真空下同时蒸除反应水或反应链烷醇。

[0079] 也可以使用除去反应水或反应链烷醇的其它方法，例如吸收或全蒸发。

[0080] 在本发明的特定实施方式中，有机基聚硅氧烷的特征在于，其具有 5 重量%至 50 重量%，优选 5 重量%至 40 重量%，尤其优选 10 重量%至 30 重量%和非常特别优选 10 重量%至 20 重量%的聚醚过量。这些有机基聚硅氧烷对 UV 套印漆的流变学性能产生特别有利的影响，和可以同样地按照上述方法制备。

[0081] 在特定实施方式中，根据本发明使用的经表面改性的二氧化硅的特征尤其在于，与包含 5 重量%的用聚乙烯蜡处理的参比二氧化硅的等同 UV 涂料相比，其将折射率 $n_D^{20} = 1.4000$ 至 1.5000 的包含 5 重量%该经改性的二氧化硅的 UV 固化性清漆的透射率改进至少 20%。透射率优选改进至少 25%，特别是 30%。用聚乙烯蜡处理的参比二氧化硅优选是 **ACEMATT®** OK 607，一种 Evonik Degussa 公司的具有根据产品信息 12/02 的规格的商品，该信息由此明确地引入本发明说明书的内容中。作为参比二氧化硅，也可以使用具有相同的未经处理的二氧化硅并用聚乙烯蜡涂覆的二氧化硅。

[0082] 按照产品信息 12/02，**ACEMATT®** OK 607 具有下述 PC 数据：

[0083] 表 1：

[0084]

特征与测试方法	单位	ACEMATT® OK 607
干燥损失 在 105℃ 下 2 h 根据 DIN EN ISO 787-2	%	6
灼烧损失 ¹⁾ 在 1000℃ 下 2 h 根据 DIN EN ISO 3262-1	%	13
pH 值 5% 水溶液 根据 DIN EN ISO 787-0	- -	6
作为 SO ₄ 形式的硫酸盐含量 IR 光谱 Degussa 方法	%	1
粒子尺寸平均值 (TEM) d50 值 (激光衍射)	μm	2 4.5
表面处理		有机
拍实密度, 未筛分 根据 DIN EN ISO 787-11	g/l	115
密度 根据 DIN EN ISO 787-10	g/cm ³	2.0
油值 根据 DIN EN ISO 787-5	g/100 g	220
SiO ₂ 含量 ²⁾ 根据 DIN EN ISO 3262-19	%	98

[0085] 1) 按经干燥的物质计

[0086] 2) 按经灼烧的物质计

[0087] 在表 1 中所列的值是平均值, 其可以在固有生产波动或测量方法的误差极限附近变化。

[0088] 为了检测经改进的透明性, 原则上可以使用折射率在上述范围内

[0089]

[0090] 在步骤 c) 中

[0091] 悬浮液中包含的二氧化硅任选地在 0 至 90 分钟, 优选 15 至 60 分钟的等待时间之后, 可以过滤出来, 并用去离子水洗涤至中性。

[0092] 在步骤 d) 中

[0093] 固体优选借助快速干燥, 例如喷雾干燥器、旋转闪蒸干燥器, 或者长时间干燥, 例如转筒式干燥器或盘式干燥器来干燥, 使得产物具有小于 10% 的残余湿度。

[0094] 表面改性步骤 e) 可以在上文描述的方法中在各种不同的时间点进行。

[0095] 在根据本发明的方法的实施方式 1) 中,

[0096] 将 0.5 重量% -30 重量% 表面改性用的有机基聚硅氧烷引入在步骤 b) 中调节至 pH 7-2 的二氧化硅悬浮液中。加入过程优选以持续时间 1 至 30 分钟, 特别是 5 至 15 分钟而进行, 和优选在步骤 a) 中的反应的反应温度下, 也即特别在 50°C 至 90°C, 优选 50°C -65°C 下进行。随后将经表面改性的二氧化硅如对于步骤 c) 和 d) 所描述那样过滤出并干燥。

[0097] 在本发明的实施方式 2) 中,

[0098] 将按照步骤 a) 和 b) 获得的二氧化硅如对于步骤 c) 所描述那样过滤出, 任选地用去离子水洗涤, 此后再次用水或硫酸或水与硫酸的混合物重新悬浮。随后将 0.5 重量% -30 重量% 表面改性用的有机基聚硅氧烷加入悬浮液中和将如此获得的悬浮液喷射入喷雾干燥器中, 使得表面改性在干燥过程期间进行。此外还可以想到同时通过喷嘴引入二氧化硅悬浮液和硅氧烷。喷雾干燥在 200°C -500°C 下进行, 使得产物具有小于 10% 的残余湿度。要喷射的悬浮液的固体含量可为最多至 25 重量%。

[0099] 在根据本发明的方法的实施方式 3) 中,

[0100] 将二氧化硅如步骤 a) -d) 中所描述那样制备和干燥。随后向经干燥的二氧化硅中掺入 0.5 重量% -30 重量% 表面改性用的聚合物并将其充分混合。聚合物的加入在 0 至 120 分钟内, 优选在 0 至 60 分钟内, 特别优选在 0 至 30 分钟内进行。混合物在 20-150°C 下继续混合 0-2h。混合优选在 20-100°C, 尤其优选 20-80°C 下进行。混合过程进行优选 0-1h 和尤其优选 0-30 分钟。

[0101] 任选地, 可以在实施方式 1) 和 2) 的情况下还加入乳化助剂, 例如 LA-S 687 (EVONIK TEGO Chemie GmbH 公司)。这尤其表现在非水溶性的有机硅化合物的情况下。

[0102] 为了达到所希望的粒子分布, 在实施方式 1 至 3 中值得推荐的是, 在干燥经表面改性的二氧化硅之后进行研磨, 优选同时进行分选。所述研磨可以在商业上常见的横流磨 (例如得自 Alpine 公司, Netzsch-Condux 公司) 中进行。

[0103] 为了避免过大粒 (Oberkorn) 或斑点 (Stippen), 适当的是在干燥经表面改性的沉淀法二氧化硅之后或在研磨之后或研磨期间分离出直径大于 50 μm , 优选大于 30 μm , 特别是大于 20 μm 的粒子。这可以根据消光剂的细度而例如通过相应的筛或也可以整合入磨机中的分选器装置来进行。

[0104] 除了前文所描述的方法变型 1 至 3 以外, 本发明还包括其中表面改性以研磨涂覆的形式进行的方法。该方法的特征在于, 将二氧化硅, 优选沉淀法二氧化硅或热解法二氧化硅或半凝胶或硅胶在研磨设备, 优选喷射磨中, 同时进行研磨和表面改性。

[0105] 为此优选使用采用静态分选的椭圆管式磨或螺旋喷射磨, 或另选流化床对喷磨或浓相床喷射磨, 尤其优选具有动态风力分选器。非常尤其优选使用具有整合的分选器的喷

射磨,如在 DE 102006048850 中所描述的那些。本领域技术人员已知可以如何运行这样的磨机和通过喷嘴引入涂覆剂。

[0106] 经证明尤其有利的是,研磨气体具有 ≤ 4 巴(绝对)的压力和/或小于或等于 180°C ,优选小于 100°C 的温度的情况。

[0107] 尤其当使用有机基聚硅氧烷时,干涂覆方法相对于上文描述的湿涂覆方法具有优势,所述有机基聚硅氧烷具有5重量%至50重量%,优选5重量%至40重量%,尤其优选10重量%至30重量%和非常尤其优选10重量%-20重量%的聚醚过量。

[0108] 所述聚醚在湿涂覆方法中大部分被洗脱。相反地,在干涂覆方法中,聚醚在很大程度上直至完全地沉积在二氧化硅上。因此获得具有不同性能的产物,在此包含根据本发明的聚醚的产物赋予涂料有利的流变学特性。

[0109] 作为经表面改性的有机基聚硅氧烷,可以使用上文更详细描述的物质。

[0110] 在根据本发明的制备方法中,优选如此进行有机基聚硅氧烷的加入,使得在有机基聚硅氧烷与二氧化硅的反应期间调节有机基聚硅氧烷与二氧化硅的比例为 $0.5\text{g} : 100\text{g}$ 至 $30\text{g} : 100\text{g}$,尤其是 $2\text{g} : 100\text{g}$ 至 $20\text{g} : 100\text{g}$,特别 $3\text{g} : 100\text{g}$ 至 $13\text{g} : 100\text{g}$ 。

[0111] 表面改性可以如前文所描述在研磨或干燥之前、期间或之后进行。这里表面改性剂可以未经稀释地作为纯物质形式或以经稀释的形式作为含水乳液形式加入。

[0112] 在特定实施方式中如此选择有机基聚硅氧烷的量和类型,使得与包含5重量%用聚乙烯蜡处理的参比二氧化硅的等同涂料相比,所述改性的二氧化硅可以将折射率 $n_D^{20} = 1.4000$ 至 1.5000 的包含5重量%这种改性的二氧化硅的UV清漆的透射率改进至少20%。

[0113] UV固化性套印漆在本发明意义上在用UV光照射之后,经过化学反应,优选在几分之一秒内变为固态。在此形成固体且干燥的薄膜。可以使用本领域技术人员已知的所有UV涂料体系或UV涂料体系的组分,只要包含前文更详细描述的对有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅作为消光剂。

[0114] 其中可以查阅相应的组合物的参考文献的实例是:Petry V. (20.04.2004): What is the influence of photoinitiators on matting of UV-cured coatings? Fatipec [编者](2004),和BASFAG(1999):The hart of coatings-Laromer und Lucirin Rohstoffe für **Strahlungshärtung**,以及Meichsner, G. (2003):Grundlagender UV-**Härtung**,在:Meichsner, G. [编者](2003)Spezielle Technologie UV- 演讲稿,和此外K. P. Schottenloher:Mattierung von **strahlungshärtenden** Lacken, HS-Esslingen 毕业论文(2004)。

[0115] 本发明的UV固化性涂料含有作为粘结剂的反应性单体和/或低聚物。优选的是丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯或经取代的丙烯酸酯或经取代的甲基丙烯酸酯或不饱和的聚酯树脂,优选使用环氧-、聚酯-、聚醚-、低聚醚-或聚氨酯丙烯酸酯或聚氨酯甲基丙烯酸酯作为粘结剂。

[0116] 经证明为尤其适合的丙烯酸系聚合物的还有基于丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯和/或其经烷基(alkyl)取代的衍生物的共聚物。这些丙烯酸系聚合物可以因此是例如丙烯酸酯与甲基丙烯酸酯的共聚物或丙烯酸酯与丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯的经烷基取代的衍生物的共聚物。尤其适合的还有丙烯酸甲酯与甲基丙烯酸酯的经烷基取代的衍生物的共聚物。尤其适合的共聚物是例如由甲基丙烯酸甲酯和丙烯酸甲酯形成的那种(Plex 8671F,

Evonik **Röhm** GmbH)。不言而喻地,前文所述的共聚物的混合物也适合作为用于根据本发明的组合物的丙烯酸系聚合物。

[0117] 除了粘结剂和消光剂以外,根据本发明的 UV 套印漆还可以包含助剂,例如光敏引发剂、流平剂、抗氧化剂、湿润剂(例如 BYK 2900)、颜料、微晶蜡、有机溶剂或水。

[0118] 光敏引发剂在光照的情况下形成自由基并且引发聚合。作为光敏引发剂,在根据本发明的 UV 固化性套印漆中优选使用二苯甲酮。但是,对于本发明的组合物也可以选择其它已知的光敏引发剂。此外,可以使用选自 α -羟基酮或其衍生物,优选羟基环己基苯基酮类别的那些。这些光敏引发剂可以例如作为 I r gacure 184、Irgacure 500、Irgacure 2959 或 Darocure 1173 (Ciba Specialty Chemicals, Basel) 形式商购。例如 α -氨基酮、酰基氧化膦和其各自的衍生物作为这样的引发剂也是合适的。

[0119] 根据本发明的 UV 固化性组合物可以包含至少一种有机溶剂,其中作为溶剂考虑许多对于这样的组合物而言通常已知的溶剂,例如萘类、烷烃、芳族化合物、醇、酮、酯、醚或其混合物。溶剂优选是乙醇、乙酸丁酯、异丙醇、异丁醇,甲氧基丙醇、甲基乙基酮或其混合物。

[0120] 所用溶剂在组合物中的量可以在常用限度内自由变化,并且通常考虑在各自的应用中所要求的流变学和成膜和在 UV 固化之前对于应用特定的排气条件和干燥条件而调节。

[0121] 根据本发明的组合物也可以包含至少一种流平添加剂,例如 Byk3510,一种经聚醚改性的聚二甲基硅氧烷,其优选可以最多至 0.6 至 1.2 重量%的重量比例来使用。

[0122] 根据本发明的 UV 固化性组合物还可以取决于在涂覆过程期间相应的条件而包含至少一种消泡添加剂。消泡剂通常是离子型或非离子型的表面活性剂,并且能够有助于改进成膜。一种示例性消泡剂是 Byk088,一种破坏泡沫性的聚合物与聚硅氧烷的组合,其为了减少或为了避免涂层材料中的干扰性空气夹杂物而以 0.1 重量%至 0.5 重量%使用。

[0123] 根据本发明的 UV 套印漆包含优选 3 重量%至 30 重量%,优选 5 重量%至 20 重量%和非常尤其优选 8 重量%至 15 重量%的经有机基聚硅氧烷改性的二氧化硅。

[0124] 正如前文已经指明的那样,在根据本发明的 UV 涂料中使用的和上文更详细描述并经表面改性的二氧化硅可以用来消光不同涂料类型,例如家具涂料、绘画涂料、卷材涂料、CN- 涂料或 UV 套印油墨 (**Überdruckfarben**) 或印刷油墨。

[0125] 根据本发明的沉淀二氧化硅的物理/化学数据用下述方法测定:

[0126] 涂料透射率的测定

[0127] 透射率的测量使用 ANALYTIK JENA GmbH 公司的 UV/Vis- 分光光度计 Specord 200,在 1cm 石英池中于室温下用空气作参比来进行。狭缝宽度和步长为 2nm。

[0128] 为此,预先置入折射率 $n_D^{20} = 1.4000$ 至 1.5000 的 UV 涂料并加入 2.5g 相应的消光剂(经表面改性的二氧化硅)。在这种情况下,将消光剂在室温下用叶片式搅拌器在 2000 转/分下经过 10 分钟分散入 50g UV 涂料中。该分散过程在 180ml 的 PE 混合杯中于室温下进行。搅拌器的叶片直径为 43mm。随后将新制备的分散体填充入 1cm 石英池中并在 190 至 1100nm 之间的透射中记录 UV/Vis- 光谱。

[0129] DBP 吸收

[0130] DBP 吸收 (DBP 值),其是二氧化硅的吸收能力的度量,依据标准 DIN 53601 如下测

定：

[0131] 实施过程

[0132] 将 12.50g 粉末状或球状的具有 0 重量% -10 重量%湿含量（湿含量任选地通过在干燥箱中于 105℃ 下干燥来调节）的二氧化硅加入 Brabender-吸收计“E”的捏合器腔（商品编码 279061）中。在颗粒的情况下使用 3.15 至 1mm 的筛粒度级（Retsch 公司的不锈钢筛）（通过用塑料刮勺轻柔地将颗粒压过 3.15mm 孔尺寸的筛）。在持续混合（捏合器叶片的旋转速度为 125 转 / 分）下，在室温下通过“Dosimat en Brabender T 90/50”将邻苯二甲酸二丁酯以 4ml/min 的速度滴加入混合物中。仅需低的力量进行所述混入过程，并且基于数字显示进行监测。

[0133] 接近测定结束时，混合物变为糊状，这借助所需力量的快速升高来指示。在显示 600 数位（转矩 0.6Nm）的情况下，通过电触头关掉捏合器和 DBP 计量加入装置两者。用于 DBP 供料的同步电动机与数字计数机构相连接，使得可以 ml 计读出 DBP 的消耗。

[0134] 评价

[0135] DBP 吸收以 g/100g 计表示，并借助下式从所测得的 DBP 消耗来计算。DBP 的密度在 20℃ 下通常为 1.047g/ml。

[0136] $DBP \text{ 吸收 (g/100g)} = DBP \text{ 消耗 (ml)} * DBP \text{ 密度 (g/ml)} * 100 / 12.5g$

[0137] 所述 DBP 吸收是针对不含水的经干燥的二氧化硅所定义的。在使用湿二氧化硅的情况下，借助下述校正表来校正该值。相应于含水量的校正值加至实验测定的 DBP 值上；例如含水量为 5.8% 意味着 DBP 吸收有 33g/100g 的增加。

[0138] 表 2：邻苯二甲酸二丁酯吸收的校正表 - 不含水 -

[0139]

% 水	% 水				
	.0	.2	.4	.6	.8
0	0	2	4	5	7
1	9	10	12	13	15
2	16	18	19	20	22
3	23	24	26	27	28
4	28	29	29	30	31
5	31	32	32	33	33
6	34	34	35	35	36
7	36	37	38	38	39
8	39	40	40	41	41
9	42	43	43	44	44
10	45	45	46	46	47

[0140] 二氧化硅的湿度的测定

[0141] 根据该方法，依据 I SO 787-2 在 105℃ 下干燥 2 小时之后来确定二氧化硅的挥发

性比例（为简单起见下文称为“湿度”）。这种干燥损失一般主要由水分组成。

[0142] 实施过程

[0143] 向干燥的具有磨口塞的称量玻璃瓶（直径 8cm, 高度 3cm）中称量入 10g 粉末状、球状或颗粒状的二氧化硅，精确至 0.1mg（起始重量 E）。试样在开盖状态下在干燥箱中于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 2h。随后将称量玻璃瓶密封并在用硅胶作为干燥剂的保干器箱中冷却至室温。用重量分析法确定最终重量 A。

[0144] 按照 $(E(g)-A(g))*100\% / E(g)$ ，来确定湿度（%）。

[0145] 测量作为双重测定形式来进行。

[0146] 灼烧损失的测定：

[0147] 在干燥后在 1000°C 下 2h, DIN 55921/3.4, ISO 3262

[0148] d_{50} 测定

[0149] 通过激光衍射 (Coulter) 测定聚集体尺寸分布

[0150] 仪器：

[0151] 激光衍射仪 LS 230, Coulter 公司

[0152] 超声棒 Bandelin, HD 2200 型, 配有 DH 13G 焊头冷却浴 80ml

[0153] Eppendorf 吸管 5ml

[0154] 离心玻璃瓶, 高度 7cm, \varnothing 3cm

[0155] 培特利式培养皿, 高度 4cm, \varnothing 7cm

[0156] 真空瓶, 高度 21cm, \varnothing 4cm

[0157] 数字温度计, 精度 $\pm 0.1\text{K}$

[0158] 化学品：

[0159] 乙醇, 分析纯, Merck 公司

[0160] Triton X-100, Merck 公司

[0161] 六偏磷酸钠, Baker 公司

[0162] 试样预备：

[0163] 将颗粒加入研钵中, 压碎粗粒状颗粒块, 不研碎。

[0164] 将 1g 未陈化的二氧化硅（距制成的时间间隔最多 10 天）称量入 30ml 卷边玻璃容器中, 并掺入 20ml 分散溶液（20g 六偏磷酸钠, 用脱盐的水填充至 1000ml）。随后将试样置于冷却浴中, 这防止悬浮液的显著加热, 并用超声处理 1 分钟（20W 功率, 80% 脉冲）。每种二氧化硅都相继制备三种分散溶液样品。

[0165] 将悬浮液放入配有磁力搅拌器的培特利式培养皿中, 以防止可能发生的沉降, 直到在流体模块中进行试样添加。

[0166] 实施过程：

[0167] 测量开始之前, 让仪器和流体模块预热运行至少 30 分钟, 并自动冲洗模块（菜单栏“控制 / 冲洗”）10 分钟。

[0168] 在 Coulter 软件的控制栏中, 经由菜单项“测量”选择文件窗口“计算 Opt. 模型”和确定折射率（液体折射率实部 = 1.332 ; 材料折射率实部 = 1.46, 虚部 = 0.1）。在文件窗口“测量循环”中将泵速度水平调节为 26%, 将超声功率调节为 3%。激活超声项“在试样添加 期间”、“在每次测量前”和“在测量期间”。

- [0169] 另外,在该文件窗口中选择下述项:
- [0170] 偏移测量 (1x 每天)
- [0171] 调节
- [0172] 背景测量
- [0173] 调节测量浓度
- [0174] 输入样品信息
- [0175] 输入测量信息
- [0176] 起动双重测量
- [0177] 自动冲洗
- [0178] 采用 PIDS 数据
- [0179] 校准完成之后,进行试样添加。一直添加经分散的二氧化硅,直到达到光吸收度为约 45% 且仪器显示 OK。
- [0180] 测量采用 Fraunhofer 模型来进行,此处使用 Coulter 公司的激光衍射仪 LS 230 的标准软件。
- [0181] 对每个试样添加,进行三次 60 秒的双重测定。
- [0182] 所述软件从原始数据曲线,基于体积分布计算粒子尺寸分布。
- [0183] C 含量的测定
- [0184] 仪器:
- [0185] **Ströhlein** Instruments 公司的 C-mat 500
- [0186] 分析天平
- [0187] 带盖的瓷舟皿
- [0188] 镊子
- [0189] 量匙
- [0190] 试剂
- [0191] Euro 分析对照试样 077-2 (**Ströhlein** Instruments 公司)
- [0192] 氧
- [0193] 实施过程
- [0194] 对照试样的测量
- [0195] 首先测量对照试样。为此,在分析天平上将 0.14-0.18g 称量加入经灼烧且经冷却的瓷舟皿上。因为天平与“C-mat”相连接,所以在操作起动按钮时接受重量。必须将舟皿在 30 秒内推入燃烧管中部。燃烧结束之后将测量值转化为脉冲并由计算机评价。进行 2 次以上测定。可能必须重新调节仪器因子。该因子按照下式计算:
- [0196]

$$\text{因子} = \frac{\text{额定值} * \text{起始重量} * 100}{\text{脉冲}}$$

- [0197] 二氧化硅试样的测量
- [0198] 在确定所述因子之后测量二氧化硅试样。为此,在每种情况下将 0.04-0.05g 二氧化硅称量加入瓷舟皿中并用瓷盖盖住瓷舟皿。随后与对照试样类似地测量二氧化硅试样。在偏差 > 0.005% 的情况下进行第三次并任选地进行另外的测量,并计算平均值。

[0199] 评价

[0200] 碳含量按下式计算：

$$[0201] \quad \%C = \frac{I * F * 10^{-5}}{E * 1000}$$

[0202] 在此：

[0203] I = 脉冲

[0204] F = 因子

[0205] E = 起始重量 (g)

[0206] 结果报告

[0207] 结果以小数点后两位形式以 % C 来报告。

[0208] 注释

[0209] “C-mat 500”的操作可以参见 **Ströhlein** Instruments 公司的操作指南。

[0210] 反射仪值的测定

[0211] 基础

[0212] 通过有目的地使涂膜表面粗糙而影响反射能力是消光二氧化硅的优异性能。因此,反射仪值是表征经消光的涂膜的重要标准。

[0213] 原理

[0214] 采用该方法直接评述涂膜表面的反射能力并由此评述涂膜表面的光泽特性,以及间接评述其粗糙度。

[0215] 仪器

[0216] 反射仪,具有按照 DIN 67530 的测量几何学,按照 DIN 67530(例如雾度-光泽度, BYK-Instruments) 测试。

[0217] 实施过程

[0218] 测量的前提条件是,待测量的涂膜表面平整、清洁并且经过固化。

[0219] 测量在试样的至少 3 个代表性位置上进行。如果达到个别测量的太大偏差,则通常应在代表性位置上进行再次测量或将个别测量的数目提高至 > 3。对于 BYK 雾度-光泽度,在显示器中显示测量的标准偏差。如果标准偏差 $s > 0.5$,则推荐实施上述措施。

[0220] 平均值按 1 个小数位报告。

[0221] 对测量几何学的注解

[0222] 在表征经消光的套印漆膜表面的情况下,已证明合适的是采用 60° 测量几何学来测量。

[0223] 流变学性能的测定

[0224] 基础

[0225] 基于二氧化硅的消光剂改变涂料的流变学性能。这种改变可以表现在非牛顿型流动行为,例如屈服点、结构粘度效果和触变效果的构建中。这些效果一般可以用球支承的旋转粘度计来测量。

[0226] 在球支承的旋转粘度计的精确度不够的情况下,用气垫式旋转粘度计或振荡粘度计来进行测量。

[0227] 仪器

- [0228] Anton Paar
 [0229] 量筒 CC 27
 [0230] 量筒 CC 39
 [0231] 一次性量杯
 [0232] 控制计算机和评价计算机
 [0233] 操作规程
 [0234] 测量系统
 [0235] 共轴圆筒式测量系统由测量体、一次性量杯和量杯夹具组成。
 [0236] 有 2 种不同的测量体可利用。
 [0237]

量筒（旋转体）	粘度范围	填充量
CC 27	中等到高粘度的涂料	17ml
CC 39	低到中等粘度的涂料	65ml

- [0238] 透明度 / 密度测量
 [0239] 在将消光剂用于透明涂料中的情况下，取决于所用消光剂和粘结剂体系可能出现或多或少明显的灰雾，其给所述透明涂膜带来带蓝色的底色。因此，这种效果也称为蓝雾。消光剂的分析测试数据不允许推断出这种效果。使用密度计或颜色测量仪，可以在相应制备的消光涂料上可再现地通过测量技术来检测这种效果。
 [0240] 通过将涂膜施加至黑色玻璃片上，黑色玻璃片的颜色深度根据灰雾的表现水平而减小。通过对密度 = 通过涂层的颜色深度的测量，可以间接评述灰雾的表现水平。
 [0241] 仪器
 [0242] 颜色测量仪 SpectroEye Gretag Macbeth
 [0243] 操作规程
 [0244] 校准
 [0245] 仪器具有自校准的程序。这在接通仪器之后立刻进行。
 [0246] 基本设置
 [0247] 在主菜单 > 设置 > 用户相关的 > 标准测量 > 测量条件中选择下述设置：
 [0248] 参数 设置
 [0249] 物理滤光器 无
 [0250] 白色基准 绝对 (Abs)
 [0251] 光源类型 D65
 [0252] 观察角 10°
 [0253] 密度标准 DIN
 [0254] 在测量窗口 > 测量功能中选择功能“密度”。
 [0255] 在测量窗口 > 绝对 / 差值中将功能切换为“绝对”。
 [0256] 在测量窗口 > 图解 / 数字中将功能切换为“数字”。
 [0257] 在测量窗口 > 密度滤光器中选择滤光器“黄色”。在显示器中，Dy 显现，代表“采用黄色滤光器的密度测量”。
 [0258] 在测量窗口 > 平均值形成中可以用预先给定数值的个数来调节自动的平均值形成。

[0259] 在测量窗口>密度滤光器中选择黄色滤光器。

[0260] 测量

[0261] 将仪器在测量窗口中用转轮调节至“试样”上。通过按压测量按钮起动测量。进行至少 5 次测量。应注意,测量位置没有损伤,例如陷穴、夹杂物、划痕、气泡等。最低值和最高值之间的最大容许偏差可以为 $D = 0.05$ 。从所确定的测量数据形成平均值(只要未自动激活)。

[0262] 经消光的 UV 套印漆的制备:

[0263] 在使用之前,将有光泽的基础涂料用叶片式搅拌器在 2000 转/分下均化。在 100 重量份这种基础涂料中,将

[0264] a) 具有相同起始重量(为了表示施加的经消光的涂料的反射仪值方面的区别),

[0265] b) 具有不同起始重量(为了在 $15\ \mu\text{m}$ 干膜厚度下获得相同反射仪值)

[0266] c) 具有不同起始重量(为了在相同粘度下确定可实现的反射仪值)

[0267] 的待研究的消光剂对照相应的标准样品来检测。在借助刮勺小心地掺入之后,将消光剂在 350ml PE 烧杯中,用叶片式搅拌器在 2000 转/分下分散 10 分钟。

[0268] 下述实施例用于阐明本发明,不应限制如权利要求书中详述的保护范围。

具体实施方式

[0269] 实施例 1:

[0270] 根据本发明的消光剂的制备

[0271] 在 Hosokawa Alpine AG 公司的 AFG 200Aeroplex—流化床—对喷磨中,将 Evonik Degussa GmbH 公司的沉淀法二氧化硅 **ACEMATT**[®] HK 400 在 76°C 的研磨空气入口温度(研磨腔内部空间温度 = 60°C) 和 0.4 巴(绝对)的压力下研磨,和用 Evonik Goldschmidt GmbH 公司的有机硅聚醚丙烯酸酯 **Tego**[®] Rad 2300 覆盖。

[0272] 在此将涂覆剂通过位于与研磨喷嘴(3 个研磨喷嘴相距 120° , 在两个所述研磨喷嘴之间双流体喷嘴相距 60°) 相同的平面内的双流体喷嘴,通过喷嘴方式加入磨机中。这样计算有机硅聚醚丙烯酸酯的量,使得基于终产物的总重量计得到 3.2 重量%的碳含量。产物具有 $4.7\ \mu\text{m}$ 的 d_{50} - 值。

[0273] 对比实施例 1:

[0274] 其是消光剂 **ACEMATT**[®] OK 607,其由 Evonik Degussa 公司销售。

[0275] 对比实施例 2:

[0276] 其是可商购获得的 Grace 公司的产品 Syloid RAD 2005。

[0277] 对比实施例 3:

[0278] 其是可商购获得的 Grace 公司的产品 Syloid RAD 2105。

[0279] 应用技术结果:

[0280] 如下制备采用上文所述消光剂消光的 UV 套印油墨:

[0281] 配方:

[0282]

位次	原料	含量	生产商	用量(克)
1	Laromer [®] PO 43 F	供应形式	BASF	87.70
2	Ebecryl [®] P 116	供应形式	Cytec	5.0
3	二苯甲酮			8
4	Lucirin [®] TPO-L		BASF	0.3
5	消光剂	参见实施例		10
6	Byk 2009		Byk-Chemie GmbH	*

[0283] *Byk 2009 的数量为 3 重量%，基于位次 1-5 的重量。

[0284] 以上述顺序逐步称量入单个的原料，并借助实验室溶解器（8000 转/分，30 分钟）来均化。均化在每种情况下必须在位次 3 和 4 之后进行。在位次 4 之后将基础清漆搅拌直至所有固体组分完全溶解。

[0285] 单个涂料试样在一种情况下在以 2g/m² 的 Prüfbau 公司的机器（在结果表格中简称“Prüfbau”）上印刷到初始光泽度值为 72 的黑色光泽体上。

[0286] 第二实验采用 Erichsohn 公司的 Flexiproof 试样印刷仪器（在结果表格中简称“Flexiproof”）进行，辊的汲取体积为 6ml/m²，光泽度为 81 的印刷为黑色的铝板用作衬底。

[0287] 涂料的固化在 UV 灯下采用 200 瓦电连接功率，调节到 75%，采用 50m/min 的推进速度进行。

[0288] 光泽度测量的结果（60°）

[0289]

消光剂	Prüfbau	Flexiproof
根据本发明，按照实施例 1	15	15
对比实施例 1	19	16
对比实施例 2	21	32
对比实施例 3	20	26

[0290] 结果表明，采用本发明的消光剂，比采用现有技术的产品，实现更低的光泽度，即明显更好的消光。