

①9



Octrooiraad
Nederland

①1 Publikatienummer: **9100385**

①2 **A TERINZAGELEGGING**

②1 Aanvraagnummer: **9100385**

②2 Indieningsdatum: **04.03.91**

⑤1 Int.Cl.⁵:
**C08J 3/22, C08F 212/08,
C08F 230/02, C08F 246/00,
C08K 9/10, C09B 67/08,
C09C 3/10**

④3 Ter inzage gelegd:
01.10.92 I.E. 92/19

⑦1 Aanvrager(s):
Stamicarbon B.V. te Geleen

⑦2 Uitvinder(s):
**Dick Adriaan Pons te Maassluis. Monique van
der Heyden geb. van den Berg te Hoek van Hol-
land**

⑦4 Gemachtigde:
**Drs. W.C.R. Hoogstraten c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen**

⑤4 **Toepassing van een kunststofdispersie als omhulling voor anorganische en organische deeltjes**

⑤7 De uitvinding betreft de toepassing van een kunststofdispersie als omhulling voor anorganische en organische deeltjes, zoals pigmentdeeltjes en kleurstofdeeltjes. De kunststofdispersie is een dispersie van een polymeer op basis van

- a) een vinylmonomeer,
- b) (C₁-C₁₂) alkyl(meth)acrylaat, (C₁-C₁₂) dialkylitaconaat, (C₁-C₁₂) dialkylfumaraat en/of (C₁-C₁₂)dialkylmaleinaat,
- c) een fosfor bevattende verbinding en
- d) 0-0,3 gew.% organisch onverzadigd mono- en/of dicarbonzuur.

NL A 9100385

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

TOEPASSING VAN EEN KUNSTSTOFDISPERSIE ALS OMHULLING
VOOR ANORGANISCHE EN ORGANISCHE DEELTJES

De uitvinding betreft de toepassing van een kunst-
stofdispersie als omhulling voor anorganische en organische
5 deeltjes zoals pigmentdeeltjes en kleurstofdeeltjes.

Toepassing van kunststofdispersies als omhulling
voor anorganische en organische deeltjes zoals pigment-
deeltjes en kleurstofdeeltjes is beschreven op bladzijde 165
van het Pigment Handbook (Volume III, door Temple C. Patton,
10 1973). Dergelijke met kunststofdispersies omhulde pigment-
deeltjes of kleurstofdeeltjes kunnen worden ingemengd in
diverse kunststoffen. Dergelijk omhulde pigmentdeeltjes
geven na menging met kunststoffen vaak problemen door het
optreden van agglomeraten. Meestal zijn de omhulde pigment-
15 deeltjes slechts geschikt voor het mengen met zeer
specifieke kunststoffen. Daarom wordt gezocht naar
kunststofdispersies, die resulteren in een goede homogene
verdeling van pigmenten en kleurstoffen in meerdere
kunststoffen zonder het optreden van agglomeraten.

20 De uitvinding wordt gekenmerkt doordat de
kunststofdispersie een dispersie van een polymeer op basis
van

- a) een vinyl monomeer,
- b) (C_1-C_{12}) alkyl(meth)acrylaat, (C_1-C_{12}) dialkylitaconaat,
25 (C_1-C_{12}) dialkylfumaraat en/of (C_1-C_{12}) dialkylmalei-
naat,
- c) een fosforbevattende verbinding volgens een der formules
 $(RO)_2PO(OH)$ en/of $(RO)PO(OH)_2$, waarin R een

alcoholrest voorstelt, afgeleid van een onverzadigde
polymeriseerbare alcohol met 2-12 koolstofatomen of
5 waarin R een groep AB voorstelt, waarin A een zuurrest
is, afgeleid van een onverzadigd polymeriseerbaar
carbonzuur met 3-25 koolstofatomen uit de groep gevormd
door acrylzuur, methacrylzuur, crotonzuur, monoveresterd
fumaarzuur, monoveresterd maleïnezuur en monoveresterd
10 itaconzuur en waarin B een tweewaardige rest voorstelt
die afgeleid is van een diol en/of een fosforbevattende
verbinding volgens de formule (RO)(TO)PO(OH), waarin R
een alcoholrest afgeleid van een onverzadigde
polymeriseerbare alcohol met 2-12 koolstofatomen
15 voorstelt of waarin R een groep AB voorstelt waarin A
een zuurrest is, afgeleid van een onverzadigd
polymeriseerbaar carbonzuur met 3-25 koolstofatomen en B
een tweewaardige, van een diol afgeleide rest voorstelt,
en waarin TO- een rest voorstelt afgeleid van een al dan
20 niet vertakte alifatische alcohol met 6-22
koolstofatomen of van een gepolyoxyalkyleerde alkylfenol
met 7-30 koolstofatomen of van een additieprodukt van
etheenoxyde aan een alcohol met 6-22 koolstofatomen of
van een additieprodukt van een ten minste 3
25 koolstofatomen bevattend alkeenoxycide aan een alcohol met
1-15 koolstofatomen en
d) 0-0,3 gew.% organisch onverzadigd mono- en/of di-
carbonzuur
is.

30 Hierdoor wordt bereikt dat met kunststofdispersie
omhulde pigmentdeeltjes en kleurstofdeeltjes worden
verkregen die met meerdere kunststoffen kunnen worden
gemengd zonder agglomeratvorming.

Bij voorkeur is de kunststofdispersie een dispersie
35 van een polymeer op basis van

a) 50-99 gew.% vinyl monomeer,

9100385

- b) 0-50 gew.% (C_1-C_{12}) alkyl(meth)acrylaat, (C_1-C_{12}) dialkylitaconaat, (C_1-C_{12}) dialkylfumaraat en/of (C_1-C_{12}) dialkylmaleinaat,
- c) een fosforbevattende verbinding volgens een der formules en $(RO)_2PO(OH)$ en/of $(RO)PO(OH)_2$, waarin R een alcoholrest voorstelt, afgeleid van een onverzadigde polymeriseerbare alcohol met 2-12 koolstofatomen of waarin R een groep AB voorstelt, waarin A een zuurrest is, afgeleid van een onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met 3-25 koolstofatomen uit de groep gevormd door acrylzuur, methacrylzuur, crotonzuur, monoveresterd fumaarzuur, monoveresterd maleïnezuur en monoveresterd itaconzuur en waarin B een rest is, afgeleid van een tweewaardige rest voorstelt die afgeleid is van een diol en/of een fosforbevattende verbinding volgens de formule $(RO)(TO)PO(OH)$, waarin R een alcoholrest afgeleid van een onverzadigde polymeriseerbare alcohol met 2-12 koolstofatomen voorstelt of waarin R een groep AB voorstelt waarin A een zuurrest is, afgeleid van een onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met 3-25 koolstofatomen en B een tweewaardige, van een diol afgeleide rest voorstelt, en waarin TO- een rest voorstelt afgeleid van een al dan niet vertakte alifatische alcohol met 6-22 koolstofatomen of van een gepolyoxyalkyleerde alkylfenol met 7-30 koolstofatomen of van een additieprodukt van etheenoxyside aan een alcohol met 6-22 koolstofatomen of van een additieprodukt van een ten minste 3 koolstofatomen bevattend alkeenoxyside aan een alcohol met 1-15 koolstofatomen en
- d) 0-0,3 gew.% organisch onverzadigd mono- en/of dicarbonzuur.

Het vinylmonomeer kan bijvoorbeeld een vinyl-aromatisch monomeer, vinylacetaat, vinylversataat, vinyl-lauraat of vinylcapraat zijn. Bij voorkeur wordt als vinyl-aromatisch monomeer zoals styreen toegepast. Andere geschikte vinylaromatische monomeren zijn bijvoorbeeld

vinyltolueen en α -methylstyreen.

Bij voorkeur is component b) (C_1-C_{12})

5 alkyl(meth)acrylaat.

Bij voorkeur is (C_1-C_{12}) alkyl(meth)acrylaat methyl(meth)acrylaat. Andere geschikte (C_1-C_{12}) alkyl(meth)-acrylaten zijn bijvoorbeeld ethyl(meth)acrylaat, butyl(meth)acrylaat en 2-ethylhexyl(meth)acrylaat.

10 Bij voorkeur is component c) een fosfor bevattende verbinding volgens een der formules $(RO)_2PO(OH)$ en/of $(RO)PO(OH)_2$.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding is het gewichtsperscentage organisch onverzadigd
15 mono- en/of dicarbonzuur nagenoeg 0 gewichts%. Indien organisch onverzadigd mono- of dicarbonzuur aanwezig is, wordt bij voorkeur (meth)acrylzuur toegepast.

In de formules $(RO)_2PO(OH)$ en $(RO)PO(OH)_2$ kan de groep RO afgeleid zijn van een onverzadigde polymeriseerbare
20 alcohol met 2-12 koolstofatomen, zoals bijvoorbeeld allylalcohol, crotylalcohol, undecyleen alcohol of cinnamylalcohol. Verder kan de groep RO een groep A-B-O voorstellen waarin A zuurrest is, afgeleid van een onverzadigd polymeri-
seerbaar carbonzuur met 3-25 koolstofatomen en waarin B een
25 rest is, afgeleid van een tweewaardige alcohol, Voorbeelden van geschikte carbonzuren zijn acrylzuur, methacrylzuur en crotonzuur. Ook monoesters van een dicarbonzuur zoals bijvoorbeeld fumaarzuur, maleïnezuur of itaconzuur en een alcohol met 1-20 koolstofatomen zoals bijvoorbeeld methanol,
30 ethanol, propanol, butanol, heptanol, 2-ethylhexanol, decanol, tridecanol, cyclohexanol of benzylalcohol zijn geschikt. Voorbeelden van tweewaardige alcoholen zijn de al dan niet vertakte alifatische of cycloalifatische diolen met 2-20 koolstofatomen zoals bijvoorbeeld ethyleenglycol,
35 propyleenglycol, 1,4 butaandiol, 1,2-butaandiol, 1,2-hexaandiol, 1,2 decaandiol, 1,2-dodecaandiol of 1,4-bis(hydroxymethyl)cyclohexaan. Andere geschikte tweewaardige alcoholen zijn de polyoxyalkyleenglycolen met (2-100) van

9100385

ethyleenglycol, propyleenglycol, 1,2 butaandiol of 1,4 butaandiol afgeleide eenheden zoals bijvoorbeeld

- 5 diëthyleenglycol, triëthyleenglycol, tetraethyleenglycol, dipropyleenglycol, tripropyleenglycol, dibutyleenglycol, tributyleenglycol en hogere polyoxyalkyleenglycolen.

Andere geschikte diolen zijn een aromaatring bevattende diolen zoals bijvoorbeeld 1,4-bis(hydroxy-
10 methyl)benzeen en hydroxyleindstandige polylactonen met molecuulgewichten tussen 200 en 1000, zoals bijvoorbeeld polycaprolacton.

- Bij voorkeur zijn de fosforbevattende verbindingen verbindingen volgens formules $(ABO)_2PO(OH)$ en/of
15 $(ABO)PO(OH)_2$ waarin A afgeleid is van acrylzuur, methacrylzuur of crotonzuur en B afgeleid is van een al dan niet vertakte tweewaardige alifatische alcohol met 2-6 koolstofatomen. Voorbeelden zijn de mono-di-fosfaatesters van hydroxyethyl(meth)acrylaat, hydroxyethylcrotonaat,
20 4-hydroxybutyl(meth)acrylaat en 4-hydroxybutylcrotonaat.

Bij voorkeur worden reactieprodukten van hydroxyethyl(meth)acrylaat met P_2O_5 of reactieprodukten van hydroxyethyl(meth)acrylaat en (1-10) ethyleenoxideeenheden of (1-6) propyleenoxideeenheden met P_2O_5 toegepast.

- 25 In de formule $(RO)(TO)PO(OH)$ kan de rest TO-afgeleid zijn van een alifatische monoalcohol met 6-22 koolstofatomen, zoals bijvoorbeeld hexanol, n-octanol, caprylalcohol, laurylalcohol, cetylalcohol, isotridecylalcohol of octadecylalcohol. De rest TO kan eveneens
30 afgeleid zijn van een gepolyoxyalkyleerde alkylfenol met 7-30 C-atomen, of van een gepolyoxyalkyleerde hogere alcohol met 6-22 C-atomen. Voorbeelden hiervan zijn de condensatieprodukten met 1-40 mol ethyleenoxide met 1 mol nonylfenol, dibutylfenol, dodecylfenol of dioctylfenol, of
35 laurylalcohol, n-octanol of tridecylalcohol. Verder kan de rest TO- ook afgeleid zijn van een blokcopolymeer van etheenoxide met propeenoxide dat aan één uiteinde met een koolwaterstofrest met 1-15 koolstofatomen veretherd is, of

van een dergelijk monoveretherd polypropyleenglycol of
andere polyoxylalkyleenglycol waarin de oxyalkyleeneenheden
5 ten minste 3 C-atomen bevatten, bijvoorbeeld monomethoxy-
heptapropyleenglycol.

Bij voorkeur is TO- afgeleid van een hogere alcohol
of van een polyetheenoxide-adduct van een alcohol of
alkylfenol.

10 De groep RO- kan afgeleid zijn van een
polymeriseerbare onverzadigde alcohol, zoals allylalcohol,
crotonylalcohol, cinnamylalcohol, undecyleenlcohol of
vinylalcohol. Bij voorkeur is de groep RO- afgeleid van een
hydroxylalkylester of polyoxyalkyleenester van een
15 polymeriseerbaar onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met
3-25 koolstofatomen zoals acrylzuur, methacrylzuur of
crotonzuur, of een monoeste van maleïnezuur, fumaarzuur of
itaconzuur met een 1-20 koolstofatomen bevattende alifati-
sche alcohol, zoals methanol, ethanol, butanol, of hexanol.
20 B is hierin een tweewaardige rest afgeleid van een diol. Het
diol kan een al dan niet vertakt alifatisch of
cycloalifatisch diol met 2-20 koolstofatomen of een
polyoxyalkyleendiol met 2-100, bij voorkeur 2-10, van
ethyleenglycol, propyleenglycol, 1.2-butyleenglycol of
25 1.4-butyleenglycol afgeleide eenheden zijn.

Het diol kan ook aromatische groepen bevatten of
een hydroxyleindstandig polylacton met een molecuulgewicht
tussen 200 en 1000 zijn. Het diol kan bijvoorbeeld
ethyleenglycol, propaandiol 1,2, propaandiol 1,3, butaandiol
30 1,4, butaandiol 1,2, decaandiol 1,2, dodecaandiol 1,2,
hexaandiol 1,5, 1,4, bis(hydroxymethyl)cyclohexaan,
1,4-bis(hydroxymethyl)benzeen, hexaandiol 1,2, diëthyleen-
glycol, triëthyleenglycol, dipropyleenglycol, tetrapropy-
leenglycol, dibutyleenglycol, een hoger polyoxyalkyleen-
35 glycol of polycaprolactondioli zijn. Bij voorkeur past men
emulgatoren toe met de formule (RO)(TO)PO(OH) waarin RO
afgeleid is van een hydroxyalkylester van acrylzuur,
methacrylzuur of crotonzuur, waarin de al dan niet vertakte
alkylgroep 2-6 koolstofatomen bezit, in de vorm van een

9100385

reactieprodukt zoals boven beschreven.

De fosforbevattende verbindingen, die als component
5 c) worden toegepast, kunnen worden verkregen volgens de
werkwijzen die beschreven worden in US-A-4110285 en
US-A-4101490.

De kunststofdispersies kunnen zowel waterige als
niet-waterige dispersies zijn. Bij voorkeur worden waterige
10 dispersies toegepast.

De kunststofdispersies kunnen worden verkregen door
middel van de algemeen bekende emulsiepolymerisaties.

De molekuulgewichten van de dispersies kunnen
worden geanalyseerd met behulp van GPC waarbij de polymeren
15 worden opgelost in tetrahydrofuraan en worden afgefiltreerd
over een 0,45 mikrometer filter. Er wordt gebruik gemaakt
van 3 lineaire kolommen met polystyreen als standaard. De
dispersies vertonen meestal een nagenoeg gausvormige
molekuulgewichtsverdeling, waarbij de verdeling asymmetrisch
20 is met een traject tussen 25.000 en 150.000 g/mol voor de
top van de grootste piek (geijkt t.o.v. narrow polystyreen
standaarden). Indien het molekuulgewicht te hoog is, kan de
mengbaarheid van het met de dispersie omhulde pigment in
kunststoffen onvoldoende worden. Voor het verkrijgen van de
25 gewenste molekuulgewichten kunnen ketenregelaars zoals
bijvoorbeeld dodecylmercaptaan, tetrachloorkoolstof,
n-butylmercaptaan, en 2-mercaptoethanol noodzakelijk zijn.

De kunststofdispersie wordt in een kogelmolen of
een snelmenger gemengd met een pigmentpasta. Een dergelijke
30 waterige pasta bevat het pigment in fijnverdeelde toestand
met de gewenste deeltjesgrootte die bij voorkeur kleiner dan
5 μ m is. Het mengsel bestaande uit dispersie en pigmentpasta
kan via sproeidroging tot een pigmentpoeder gedroogd worden.
Het mengsel bestaande uit dispersie en pigmentpasta kan ook
35 worden verwarmd waardoor coagulatie optreedt. Het verkregen
produkt zal indien nodig gefiltreerd, gewassen, gedroogd
en/of gemalen worden. Op deze wijze kan het met een
kunststofdispersie omhulde deeltje worden verkregen.

9 1 0 0 3 8 5

De gewichtshoeveelheid pigment kan (t.o.v. de gewichtshoeveelheid dispersie) binnen brede grenzen
5 variëren. Meestal varieert de hoeveelheid pigment tussen 10 en 90 gew.% t.o.v. de totale gewichtshoeveelheid omhulde pigment. Indien anorganische pigmenten worden toegepast bedragen deze hoeveelheden meestal 50-75 gew.% pigment en 25-50 gew.% dispersie. Indien organische pigmenten worden
10 toegepast bedragen deze hoeveelheden meestal 25-35 gew.% pigment en 65-75 gew.% dispersie.

Indien gewenst kunnen omwille van het verkrijgen van nagenoeg stuifvrije, goed hanteerbare en goed doseerbare produkten ("masterbatches") bovendien additieven zoals
15 bijvoorbeeld metaalzepen, laagmoleculaire polymeren, wassen en/of vloeibare esters van dicarbonsuren toegepast worden. Voorbeelden van geschikte metaalzepen zijn magnesium-, calcium- en zinkstearaat. Voorbeelden van geschikte vloeibare esters van dicarbonsuren zijn de esters van
20 aromatische dicarbonsuren zoals dioctylftalaat. Andere geschikte additieven zijn bijvoorbeeld stearylamide, ethyleendistearylamide, silica, gehydrogeneerde castorolie en/of esters van pentaerytritol zoals een monoester of tetraester van pentaerytritol, bijvoorbeeld een ester van
25 een vetzuur met 12 tot 18 koolstofatomen. Bovengenoemde additieven worden bijvoorbeeld beschreven in EP-A-290092 en EP-A-379751.

De hoeveelheid omhulde pigmentdeeltjes of kleurstofdeeltjes ligt meestal tussen 0,1 en 20 gew.% t.o.v.
30 de kunststof. Geschikte kunststoffen zijn bijvoorbeeld polystyreen, ABS, PVC, polyesters, polyetheen, polypropeen, polycarbonaat en polyetheentereftalaat.

De uitvinding omvat mede de mengsels op basis van deze kunststoffen en de omhulde organische en anorganische
35 deeltjes.

De volgens de uitvinding omhulde pigmenten en kleurstoffen kunnen ook worden toegepast in poedercoatings, rubbers, insecticiden, farmaceutische produkten, verven, in de voedingsmiddelenindustrie, drukinkten, films en laminaten

De pigmentdeeltjes en kleurstofdeeltjes kunnen zowel organisch als anorganisch van aard zijn. De deeltjes-
5 grootte ligt meestal tussen 0,01 μm en 100 μm . Voorbeelden van geschikte anorganische pigmenten zijn TiO_2 , ZnO , Sb_2O_3 , ZrO , BaSO_4/ZnS , $\text{TiO}_2/\text{CaSO}_4$, $\text{TiO}_2/\text{BaSO}_4$, Pb_3O_4 , $\text{CdS}(\text{Se})$, Sb_2S_3 , HgS , PbCrO_4 , $\text{Pb}(\text{OH})_2$, BaCrO_4 , SrCrO_4 , PbCrO_4 , PbO , Cr_2O_3 , $(\text{CO}_3(\text{PO}_4)_2)$, $\text{Fe}_4((\text{Fe}(\text{CN})_6)_3)$, $\text{CaO} \cdot \text{CuO} \cdot 4 \text{SiO}_2$, CuO .
10 Al_2O_3 , "metallic" pigment en carbon black. Geschikte organische pigmenten zijn bijvoorbeeld azoverbindingen en ultramarijnblauw.

Geschikte pigmenten en kleurstoffen worden bijvoorbeeld beschreven in EP-A-104498.

15 De uitvinding wordt toegelicht aan de hand van de volgende niet beperkende voorbeelden.

Voorbeeld I

Bereiding van een kunststofdispersie

20 Een kolf (van 2 liter) voorzien van een koeler, thermokoppel en roerder werd gevuld met 62 gewichtsdelens gedemineraliseerd water en 0,04 gewichtsdelens natriumdodecylbenzeensulfonaat. Dit mengsel werd op 80°C gebracht.

Vervolgens werden 0,35 gewichtsdelens
25 ammoniumpersulfaat als initiator en een preemulsie bestaande uit 99 gewichtsdelens styreen, 0,15 gewichtsdelens dodecylmercaptaan, 3,5 gewichtsdelens natriumdodecylbenzeensulfonaat, 1 gewichtsdeel mono-di-fosfaatester van hydroxyethylmethacrylaat en 30 gewichtsdelens gedeminerali-
30 seerd water, toegevoegd.

Na 3 uur doseren van de preemulsie werd de temperatuur verhoogd tot 85°C, waarbij tegelijkertijd gedurende 1 uur een oplossing van 0.15 gram ammoniumpersulfaat in 3.1 gram gedemineraliseerd water gedoseerd
35 werd. Na 2 uur bij 85°C werd de kolf afgekoeld, gefiltreerd en afgetapt.

9100385

Voorbeeld II

De werkwijze volgens Voorbeeld I werd herhaald,
5 waarbij 15 gewichtsdelen methylmethacrylaat ingebouwd
werden.

Voorbeeld III

De werkwijze volgens Voorbeeld I werd herhaald
10 waarbij 25 gewichtsdelen butylacrylaat ingebouwd werden.

Vergelijkend Experiment A

De werkwijze volgens Voorbeeld I werd herhaald
waarbij 2 gewichtsdelen acrylzuur ingebouwd werden.
15

Vergelijkend Experiment B

De werkwijze volgens Voorbeeld I werd herhaald
waarbij 3 gewichtsdelen methacrylzuur ingebouwd werden.

20	Dispersie vlgs. Voorbeeld	<u>Tabel I</u>				
		I	II	III	A	B
		gewichtsdelen				
	gedemineraliseerd water	62	62	62	62	62
	natriumdodecylbenzeen-					
25	sulfonaat	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
	styreen	99	84	74	97	96
	methylmethacrylaat		15			
	butylacrylaat			25		
	acrylzuur				2	
30	methacrylzuur					3
	dodecylmercaptaan	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
	natriumdodecylbenzeen-					
	sulfonaat	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
	mono-di-fosfaatester van	1	1	1	1	1
35	hydroxylethylmethacrylaat					
	gedemineraliseerd water	30	30	30	30	30

9100385

Voorbeeld IV

Bereiding van een pigmentpasta

- 5 3,85 gewichtsdelen propeenglycol, 1,40 gewichts-
delen water, 0,85 gew. delen dispergeermiddel (Orotan 731
SD, 25% oplossing, Rohm and Haas), 0,10 gewichtsdelen
dispergeermiddel (Surfynol 104E, Air Products), 0,10
gewichtsdelen antischuimmiddel (Agitan 703, Munzing Chemie),
10 en 19,70 gewichtsdelen titaandioxide (Kronos 2190, Kronos
Titan) werden gemengd en m.b.v. kogel- of parelmolen gemalen
tot een Hegmanfijnheid van kleiner dan 5.

Voorbeeld V

Bereiding van een pigmentpasta

- 15 125 gewichtsdelen water, 20 gewichtsdelen ethyleen
glycol, 45 gewichtsdelen dispergeermiddel (SER AD FA 620,
Servo) en 235 gewichtsdelen pigment (Helio Blue 6900) werden
d.m.v. een kogelmolen tot de gewenste deeltjesgrootte
20 gebracht. Aan bovenstaande mengsel werden vervolgens 200
gewichtsdelen styreenacrylaatdispersie (50% water), 5
gewichtsdelen calciumstearaatdispersie (50% water) en 25
gewichtsdelen 2% hydroxyethylcellulose oplossing toegevoegd
en goed gemengd. Deze pigmentpasta werd gesproeidroogd en
25 bevatte 65% Helio Blue (droog op droog).

Voorbeeld VI

- 50 gewichtsdelen van 50% waterige oplossingen van
de kunststofdispersies volgens Voorbeelden I-III en
30 Vergelijkende Experimenten A-B werden in een snelmenger met
83 gewichtsdelen pigmentpasta volgens Voorbeeld IV gemengd.
Hierdoor werd bereikt dat TiO_2 werd omhuld met de dispersie.

Voorbeeld VII

- 35 10 gewichtsdelen van het volgens Voorbeeld VI
omhulde TiO_2 werden in een extruder met 20 gewichtsdelen
polycarbonaat gemengd.

Na een visuele bepaling bleek dat TiO_2 omhuld met

dispersies volgens een der Voorbeelden I-III een goede
homogene verdeling in het polycarbonaat vertoonden.

- 5 De experimenten op basis van TiO_2 omhuld met
dispersies volgens een der Vergelijkende Experimenten A-B
vertoonden daarentegen veel agglomeraten.

Voorbeeld VIII

- 10 50 gewichtsdelen van 50% waterige oplossingen van
kunststofdispersies volgens Voorbeelden I-III en
Vergelijkende Experimenten A-B werden in een snelmenger
gemengd met 106 gewichtsdelen van deze pigmentpasta volgens
Voorbeeld V 1,25 gewichtsdelen calciumstearaat 50% en 6,25
15 gewichtsdelen 2% hydroxyethylcellulose oplossing. Hierdoor
werd bereikt dat het pigment werd omhuld met de dispersies.
Vervolgens werd dit mengsel door sproeidrogen tot een
stuifvrij poeder gedroogd.

20 Voorbeeld IX

10 gewichtsdelen van het volgens Voorbeeld VIII
omhulde pigment werden in een extruder bij 150°C gemengd met
200 gewichtsdelen polystyreen.

- Na een visuele bepaling bleek dat "helio blue"
25 omhuld met dispersies volgens een der Voorbeelden I-III een
goede homogene verdeling in het polystyreen vertoonde.

De experimenten met "helio blue" omhuld met
dispersies volgens een der Vergelijkende Experimenten A-B
vertoonden daarentegen veel agglomeraten.

C O N C L U S I E S

- 5 1. Toepassing van een kunststofdispersie als omhulling voor
anorganische en organische deeltjes, zoals pigment-
deeltjes en kleurstofdeeltjes, met het kenmerk, dat de
kunststofdispersie een dispersie van een polymeer op
basis van
- 10 a) een vinyl monomeer,
b) (C_1-C_{12}) alkyl(meth)acrylaat, (C_1-C_{12}) dialkyl-
itaconaat, (C_1-C_{12}) dialkylfumaraat en/of
 (C_1-C_{12}) dialkylmaleinaat,
c) een fosforbevattende verbinding volgens een der
- 15 formules $(RO)_2PO(OH)$ en/of $(RO)PO(OH)_2$, waarin R
een alcoholrest voorstelt, afgeleid van een
onverzadigde polymeriseerbare alcohol met 2-12
koolstofatomen of waarin R een groep AB voorstelt,
waarin A een zuurrest is, afgeleid van een
- 20 onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met 3-25
koolstofatomen uit de groep gevormd door acrylzuur,
methacrylzuur, crotonzuur, monoveresterd fumaar-
zuur, monoveresterd maleïnezuur en monoveresterd
itaconzuur en waarin B een tweewaardige rest
- 25 voorstelt die, afgeleid is van een diol en/of
een fosforbevattende verbinding volgens de formule
 $(RO)(TO)PO(OH)$, waarin R een alcoholrest afgeleid
van een onverzadigde polymeriseerbare alcohol met
2-12 koolstofatomen voorstelt of waarin R een groep
- 30 AB voorstelt waarin A een zuurrest is, afgeleid van
een onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met
3-25 koolstofatomen en B een tweewaardige, van een
diol afgeleide rest voorstelt, en waarin TO- een
rest voorstelt afgeleid van een al dan niet
- 35 vertakte alifatische alcohol met 6-22 koolstof-
atomen of van een gepolyoxyalkyleerde alkylfenol
met 7-30 koolstofatomen of van een additieprodukt
van etheenoxyde aan een alcohol met 6-22
koolstofatomen of van een additieprodukt van

- een ten minste 3 koolstofatomen bevattend
alkeenoxyde aan een alcohol met 1-15
5 koolstofatomen en
- d) 0-0,3 gew.% organisch onverzadigd mono- en/of
dicarbonzuur
- is.
2. Toepassing volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de
10 kunststofdispersie een dispersie van een polymeer op
basis van
- a) 50-99 gew.% vinyl monomeer,
b) 0-50 gew.% (C_1-C_{12}) alkyl(meth)acrylaat, C_1-C_{12})
alkylitaconaat, C_1-C_{12}) dialkylfumaraat en/of
15 (C_1-C_{12}) dialkylmaleinaat,
c) 0,1-5 gew.% een fosforbevattende verbinding volgens
een der formules $(RO)_2PO(OH)$ en/of $(RO)PO(OH)_2$,
waarin R een alcoholrest voorstelt, afgeleid van
een onverzadigde polymeriseerbare alcohol met 2-12
20 koolstofatomen of waarin R een groep AB voorstelt,
waarin A een zuurrest is, afgeleid van een onverza-
digd polymeriseerbaar carbonzuur met 3-25 koolstof-
atomen uit de groep gevormd door acrylzuur,
methacrylzuur, crotonzuur, monoveresterd fumaar-
25 zuur, monoveresterd maleïnezuur en monoveresterd
itaconzuur en waarin B een tweewaardige rest
voorstelt die afgeleid is van een diol en/of een
fosforbevattende verbinding volgens de formule
 $(RO)(TO)PO(OH)$, waarin R een alcoholrest afgeleid
30 van een onverzadigde polymeriseerbare alcohol met
2-12 koolstofatomen voorstelt of waarin R een groep
AB voorstelt waarin A een zuurrest is, afgeleid van
een onverzadigd polymeriseerbaar carbonzuur met
3-25 koolstofatomen en B een tweewaardige, van een
35 diol afgeleide rest voorstelt, en waarin TO- een
rest voorstelt afgeleid van een al dan niet
vertakte alifatische alcohol met 6-22
koolstofatomen of van een gepolyoxyalkyleerde
alkylfenol met 7-30 koolstofatomen of van een

- 5 additieprodukt van etheenoxys van een alcohol met
 6-22 koolstofatomen of van een additieprodukt van
 een ten minste 3 koolstofatomen bevattend
 alkeenoxys van een alcohol met 1-15 koolstofatomen
 en
- d) 0-0,3 gew.% organisch onverzadigd mono- of
 dicarbonzuur
- 10 is.
3. Toepassing volgens een der conclusies 1-2, met het
 kenmerk, dat het gew.% organisch onverzadigd mono- of
 dicarbonzuur nagenoeg 0 gew.% is.
4. Toepassing volgens een der conclusies 1-3, met het
15 kenmerk, dat het vinylmonomeer styreen is.
5. Toepassing volgens een der conclusies 1-4, met het
 kenmerk, dat (C₁-C₁₂) alkyl(meth)acrylaat
 methyl(meth)acrylaat is.
6. Toepassing volgens een der conclusies 1-5, met het
20 kenmerk, dat component c) een fosforbevattende
 verbinding volgens een der formules (RO)₂PO(OH) en/of
 (RO)PO(OH)₂ is.
7. Toepassing volgens conclusie 6, met het
 kenmerk, dat component c) de fosfaatester van
25 hydroxyethyl(meth)acrylaat, hydroxyethylcrotonaat,
 4-hydroxybutyl(meth)acrylaat en/of 4-hydroxybutyl-
 crotonaat is.
8. Anorganische of organische deeltjes omhuld met een
 kunststofdispersie volgens een der conclusies 1-7.
- 30 9. Mengsel op basis van een kunststof en omhulde
 anorganische en organische deeltjes zoals beschreven in
 een der conclusies 1-7.
10. Toepassing, omhulde deeltjes en mengsel zoals in
 hoofdzaak is beschreven en in de voorbeelden nader is
35 toegelicht.

9100385