



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **226 574 A1**

4(51) C 08 J 3/22

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 08 J / 266 743 5	(22)	30.08.84	(44)	28.08.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Kombinat Zellstoff und Papier Heidenau, 8312 Heidenau, Pirnaer Straße 31–33, DD
(72)	Eckert, Wolfgang, Dipl.-Chem.; Wirker, Jens, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten, die eine fehlerfreie und qualitätsgerechte Thermoplastbeschichtung bei der Herstellung von thermoplastbeschichteten Fotorohpapieren ermöglichen. Zur Erreichung des Zieles wird ein Verfahren vorgeschlagen, bei dem die Pigmente und alle sonstigen Zusatzstoffe in solchen Lösungsmitteln und/oder Lösungsmittelgemischen dispergiert oder gelöst werden, in denen die verwendeten Thermoplasten löslich sind. Die so hergestellte Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion wird mit bekannten Homogenisierverfahren nachdispergiert und anschließend in einem weiteren Verfahrensschritt die Thermoplasten zugegeben und unter Rühren in der Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion gelöst. Das erhaltene Gemisch wird ein- oder mehrstufig homogenisiert und durch geeignete Verfahren das Lösungsmittel entfernt. Das in Pulver vorliegende Pigment-Thermoplast-Konzentrat kann in initialer Form verwendet werden und führt zu einer stippen-, markierungs- und lochfreien Pigmentierung.

Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten für die Einführung von naturfarbenen Thermoplasten, insbesondere für die Herstellung thermoplastbeschichteter Fotorohpapiere.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Es ist bekannt, daß Pigment-Thermoplast-Konzentrate durch Einarbeitung von pulverförmigen Pigmenten und sonstigen Zusätzen in geschmolzene Thermoplasten hergestellt werden.

Dazu werden beheizbare Aggregate mit Misch- oder Kneteinrichtungen hoher Scherwirkung - wie Bunburg-Kneter, Ein- oder Doppelschneckenextruder, Planetmischer oder andere geeignete Geräte - verwendet.

Wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens ist die schlechte Dispergierung der Pigmente und/oder Zusatzstoffe in den hochviskosen Thermoplastschmelzen.

Die so hergestellten Pigment-Thermoplast-Konzentrate enthalten Pigmentagglomerate und vom Bindemittel umhüllte Pigmentnester. Bei der Verarbeitung zur Herstellung von Fotorohpapieren mit Thermoplastbeschichtung führt das zu Löchern, Stippen und Fehlbeschichtung.

Da eine befriedigende Dispergierung der Pigmente und sonstigen Zusätze erst bei Verarbeitungstemperaturen weit über dem Schmelzbeginn der Thermoplasten erreicht wird, treten in diesem Falle als Nachteile thermisch oxidative Reaktionen auf, die zu Veränderungen des Farbtones, des Schmelzverhaltens und zu verschlechterten Dispergiereigenschaften führen.

Diese Nachteile verursachen inhomogene Pigmentverteilungen (Pigmentmarkierungen), coloristische Fehler und eine Verschlechterung der rheologischen Eigenschaften bei der Extrusionsbeschichtung.

Ein weiterer Nachteil ist der hohe Energiebedarf für die Herstellung dieser Konzentrate.

In der DE-AS 25 00 664 wird ein anderes Verfahren zur Herstellung von rußhaltigen Pigmentkunststoff-Konzentraten beschrieben, nach dem kontinuierlich gepulvertes Pigment und gepulverte Kunststoffe in einem Mischer mit einem organischen Lösungsmittel dispergiert werden, wobei die Kunststoffe in dem Lösungsmittel löslich sind.

Nachteil dieses Verfahrens ist, daß Pigment- und Kunststoffpulver gleichzeitig mit dem Lösungsmittel vermischt werden.

Die entstehenden viskosen Lösungen begünstigen die Bildung von Pigmentagglomeraten, die bei der Beschichtung von Fotorohrpapieren als Stippen auf der Oberfläche sichtbar werden.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten zu erarbeiten, bei dem die nach diesem Verfahren hergestellten Konzentrate gute Eigenschaften zur Weiterverarbeitung zeigen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten zu entwickeln, bei dem die genannten Nachteile nicht auftreten.

Das nach diesem Verfahren hergestellte Pigment-Thermoplast-Konzentrat soll für eine fehlerfreie und qualitätsgerechte Thermoplastbeschichtung bei der Herstellung von thermoplastbeschichteten Fotorohpapiere eingesetzt werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in einem ersten Verfahrensschritt die Pigmente und alle sonstigen Zusatzstoffe, wie z. B. Nuancierungspigmente und/oder Farbstoffe, Antistatika, Gleitmittel, optische Aufheller und andere Stoffklassen, in solchen Lösungsmittel und/oder Lösungsmittelgemischen dispergiert oder gelöst werden, in denen die verwendeten Thermoplasten bei Zimmertemperatur bzw. bei Erwärmung ohne oder mit Druck löslich sind und das gegebenenfalls die so hergestellte Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion ein- oder mehrstufig mit bekannten Homogenisierungsverfahren, wie z. B. Verreibewalzen, Spalthomogenisatoren, Kolloidmühlen, nachdispersiert wird.

Anschließend in einem zweiten Verfahrensschritt werden die Thermoplasten zugegeben und unter Rühren bei Raumtemperatur und/oder bei Erwärmung ohne oder mit Druck in der Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion gelöst und das so hergestellte Gemisch ein- oder mehrstufig nach bekannten Verfahren homogenisiert.

In einem nachfolgenden dritten Verfahrensschritt erfolgt durch geeignete Verfahren, wie z. B. Destillation, Vakuumdestillation, Vakuumwalzentrocknung, Sprühtrocknung, ein- oder mehrstufig die Entfernung der Lösungsmittel.

Das in Pulverform vorliegende Pigment-Thermoplast-Konzentrat kann in initialer Form verwendet werden und führt zu einer ausgezeichneten stippen-, markierungs- und lochfreien Pigmentierung. Die coloristischen Werte entsprechen vollständig dem Farbton des ein-

gesetzten Pigmentes.

Für bestimmte Einsatzzwecke ist die Tablettierung bzw. eine schonende Regranulierung im Schmelzbereich der Thermoplasten möglich und sinnvoll.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an folgenden Ausführungsbeispielen erläutert.

Beispiel 1:

250 ml Toluol werden in einem mit Rückflußkühler und Rührwerk versehenem Rundkolben mit 25 g Titandioxid und 0,05 g Phthalocyaninblau-Pigment versetzt und mittels Rührwerk dispergiert. Gleichzeitig erfolgt eine Erwärmung bis zum Sieden.

Anschließend werden unter Rühren 25 g Hochdruckpolyethylen, Dichte 0,923 g/cm³; Schmelzindex MI_{21,2} N: 4 g/10 min zugefügt. Nach 10 min liegt eine homogene Dispersion vor.

Die Entfernung des Lösungsmittels erfolgt im Vakuum bei einem Unterdruck von 1,3 kPa.

Das Pigment-Thermoplast-Pulver-Konzentrat wurde mit naturfarbenen Hochdruck-PE trocken vermischt. Der Titandioxidgehalt der Mischung wurde auf 10 % eingestellt.

In einem Laborextruder mit Blasfolienkopf wurde die Mischung verblasen. Die Pigmentverteilung war sehr gut, die Folie frei von Stippen und Pigmentagglomeraten. Der Farbton war ein klarblau- nuanciertes Weiß ohne Gelbstich.

Beispiel 2:

500 ml Xylen werden mit 50 g Titandioxidpigment, 0,1 g Phthalocyaninblau, 0,05 g optischen Aufheller, 0,01 g Antioxidanz und 0,03 g Calciumstearat wie in Beispiel 1 vermischt und erhitzt.

Anschließend werden 50 g einer Mischung aus 85 Gew.% Hochdruck-Polyethylen; Dichte 0,923; Schmelzindex MI_{21,2 N}: 4 g/10 min und 15 % Niederdruck-Polyethylen; Dichte 0,963 g/cm³; Schmelzindex MI_{21,2 N}: 8 g/10 min hinzugefügt und gelöst.

Nach einer Nachdispersierung in einem beheizten Walzenstuhl mit gleichzeitiger teilweisen Entfernung des Lösungsmittels wird die Restmenge Lösungsmittel durch Sprühtrocknung entfernt.

Das erhaltene Pulver wurde zu Linsengranulat mit einem Durchmesser von ca. 3 mm verpreßt und wie in Beispiel 1 weiter verarbeitet.

Die Pigmentverteilung war vorzüglich, frei von Markierungen, Stippen und Pigmentagglomeraten.

Die blaulich nuancierte Weiße war außerordentlich brillant und frei von Gelbstichen.

Beispiel 3:

500 ml Xylen werden mit 40 g Titandioxidpigment, 10 g gefälltem Calciumcarbonat und 0,03 g Calciumstearat wie in Beispiel 1 vermischt, erhitzt und die Dispersion anschließend im Spalthomogenisator bei einem Druck von 19,6 MPa vorhomogenisiert.

Anschließend werden 50 g Niederdruck-Polyethylen hinzugegeben und unter Erwärmung und bei einem Überdruck von ca. 0,2 MPa gelöst. Die Nachdispersierung und teilweise Lösungsmittelentfernung erfolgte auf einem beheizten Walzenstuhl.

Die vorzügliche Entfernung des Lösungsmittels erfolgte durch Sprühtrocknung.

Das erhaltene Pulver wurde wie in Beispiel 1 weiter verarbeitet. Die Pigmentverteilung war so ausgezeichnet, daß eine völlig markierungs-, stippen- und pigmentagglomeratfreie Blasfolie mit porzellanartiger Durchsicht hergestellt werden konnte. Die Weiße war frei von Gelbstichigkeit.

Beispiel 4:

Im Vergleich wurde ein Farbkonzentrat auf einem Doppelschneckenextruder nach herkömmlicher Technologie hergestellt. Pigment- und Thermoplasteinsatz entsprachen Beispiel 1. Die Verarbeitung zu Blasfolien erfolgte ebenfalls wie in Beispiel 1. Die Blasfolie zeigte eine stark inhomogene Pigmentverteilung, Längsstreifigkeit und Markierungen. Die Folie wies viele Pigment-Stippen und -agglomerate auf. Das blaunuancierte Weiß zeigte eine deutliche Farbverschiebung nach blaugrün.

Beispiel 5:

Im Vergleich wurden wie in Beispiel 1 250 ml Toluol gleichzeitig mit Titandioxid, Phthalocyaninblau und Hochdruckpolyethylen gemischt und erhitzt. Die Verarbeitung erfolgte ebenfalls wie in Beispiel 1. Die Pigmentverteilung war gut, die Folie frei von Pigmentnestern und der Farbton wie in Beispiel 1. Die Folie enthielt aber eine Vielzahl von Pigmentagglomeraten.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Pigment-Thermoplast-Konzentraten dadurch gekennzeichnet, daß in einem ersten Verfahrensschritt die Pigmente und alle sonstigen Zusatzstoffe in solchen Lösungsmitteln und/oder Lösungsmittelgemischen dispergiert oder gelöst werden, in denen die verwendeten Thermoplasten löslich sind und daß gegebenenfalls die so hergestellte Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion nachträglich ein- oder mehrstufig nachdispergiert wird, in einem zweiten Verfahrensschritt die Thermoplasten zugegeben und unter Rühren bei Raumtemperatur und/oder bei Erwärmung ohne oder mit Druck in der Pigment/Zusatzstoffe-Dispersion gelöst werden, anschließend dieses Gemisch ein- oder mehrstufig nachhomogenisiert wird, und daß in einem dritten Verfahrensschritt das Lösungsmittel in einer oder mehreren Stufen aus dem Gemisch entfernt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1 dadurch gekennzeichnet, daß das Pigment-Thermoplast-Konzentrat in initialer Form, tablettiert oder durch nachfolgende Granullierung verwendet wird.