



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 696 29 535 T2** 2004.04.01

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 770 648 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **696 29 535.0**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **96 307 573.4**

(96) Europäischer Anmeldetag: **18.10.1996**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **02.05.1997**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **20.08.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **01.04.2004**

(51) Int Cl.⁷: **C09D 17/00**

C09B 67/20, C08J 3/22

(30) Unionspriorität:

9521812 25.10.1995 GB

(73) Patentinhaber:

Ciba Speciality Chemicals Holding Inc., Basel, CH

(74) Vertreter:

Zumstein & Klingseisen, 80331 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

CH, DE, DK, ES, FR, GB, IT, LI, NL

(72) Erfinder:

**McCrae, James McGeachie, Ayrshire, Scotland,
KA3 5EU, GB; Gilmour, Eric William,
Lockwinnoch, Scotland, PA12 4HL, GB;
Schwizguebel, Jean-Luc, 4148 Pfeffingen, CH**

(54) Bezeichnung: **Pigmentkonzentrate**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung hoch disperser Pigmentkonzentrate, die dazu verwendet werden können, die herkömmlichen sogenannten Flush-Konzentrate zu ersetzen.

[0002] Im Gegensatz zum Spülverfahren, ist ein Ziel der vorliegenden Erfindung ein Verfahren, das auf einem trockenen, granulösen Ausgangsmaterial basiert und nicht auf einem herkömmlich verwendeten Wasser enthaltenden, pigmentierten Ausgangsmaterial (zum Beispiel einem Preßkuchen). Die zuvor genannten Konzentrate sind für die Einfärbung von Druckfarben, insbesondere lithographischer Druckfarben, geeignet.

[0003] Verfahren zur Formulierung von Pigmentzusammensetzungen, die einen Träger zur Erzeugung einer Zusammensetzung, die in Nicht-Pulverform vorliegt, umfassen, sind bekannt. Die in solchen Systemen verwendeten Träger werden ausgewählt, um die Einlagerung der pigmentierten Zusammensetzung, die zu dem Endanwendungsmedium verarbeitet wird, zu optimieren. Normalerweise würden solche Zusammensetzungen aus Wasser enthaltenden, pigmentierten Ausgangsmaterialien mit einem 3 bis 40%igem Pigmentanteil hergestellt werden, wobei das zugrundeliegende Prinzip ist, daß ein organisches Pigment eine größere Affinität zu einer Ölphase hat als eine wässrige Phase und somit von der wässrigen Umgebung zu dem Träger übergeht oder strömt. Seit 1860 sind Pigmente in eine Vielzahl von Trägern gespült worden, aber erst 1914 wurde das Pigmentspülen, wie es heute allgemein bekannt ist, von Robert Hochstedder erfunden. Die Merkmale des Spülverfahrens und die verwendete Ausstattung sind Gegenstand einer großen Untersuchung gewesen, die zu einigen Offenbarungen verschiedener Verbesserungen des Grundkonzeptes führte. Momentan sind jedoch alle Verfahren auf die Verwendung von Wasser enthaltenden, pigmentierten Ausgangsmaterialien gestützt, zum Beispiel wässrigen Preßkuchen, aus Gründen, die in vielen Veröffentlichungen beschrieben wurden, zum Beispiel Pigment Handbook, Vol. III (1973) Seite 447 bis 455, Herausgeber T. C. Patton, Trinting Ink Manual, 4. Auflage (1989), Seiten 602 bis 604, herausgegeben von R. H. Leach, Trinting Ink Technology (1958) Seiten 498 bis 502, EA Apps., Industrial Printing Inks (1062), Seiten 144 bis 145, LM Larsen JK Randolph European Polymers Paint Colour Journal, 27. April 1994. Das Grundprinzip hinter der Verwendung von zum Beispiel Preßkuchen in dem Spülverfahren, um hoch qualitative Dispersionen herzustellen, ebenso wie die zuvor genannte organophile Natur des Pigments, ist, daß organische Pigmente während des Trocknungsverfahrens der Herstellung irreversibler Aggregation/Agglomeration unterliegen und daher nicht effektiv gespült werden können und somit schwach dispergiert werden, was zu pigmentierten Konzentraten führt, die unerwünschte Anwendungsergebnisse bringen, wie beispielsweise in JP Sho 61-23916 (1986), US 4,6-1,759 (1986), EP 273,236 (1982). Ebenso wie Verfahren, die Preßkuchen verwenden, sind vor kurzem Verfahren offenbart worden, bei denen das Spülverfahren "in der Küpe" direkt nach der Beendigung der Synthese des Pigments und vor der Filtration durchgeführt worden ist, wie beispielsweise in WO 98/12075 (1989), US 4765841 (1988), US 4255375 (1981) und EP 319,628,B (1987) beschrieben. Diese Verfahren produzieren perlenähnliche Produkte, die dann wie die traditionelleren gespülten Konzentrate verwendet worden sind, wie in einigen der obengenannten Veröffentlichungen beschrieben. Für das Spülverfahren beschreiben die zuvor genannten Veröffentlichungen die Ausrüstung, die üblicherweise im Spülverfahren verwendet wird, als Hochenergiemischer oder -knetter, zum Beispiel Sigma-Schaufelknetter. Während des Verfahrens wird die wässrige Phase durch Dekantieren entfernt und weiterhin zum Beispiel Preßkuchen und Träger zugegeben, woraufhin das Verfahren wiederholt wird, bis das gewünschte Spülkonzentrat erreicht wird. Während die Verwendung solcher Spültechniken bestimmte Probleme vermeidet, zum Beispiel hydrophile Aggregation bei der Trocknung, Mahlbehandlung und Stäuben in Verbindung mit konventioneller Pigmentpulverherstellung, sind Spülverfahren nicht ohne Nachteile, wie zum Beispiel:

1. Standardisierung des endgültig gefärbten Konzentrats, aufgrund der Verwendung von nicht standardisiertem Preßkuchen.
2. Die Pigmentleistung verändert sich mit der Zeit und den Lagerbedingungen, wenn es in einer Preßkuchenform gehalten wird.
3. Mit dem Fortlauf der Behandlung der verbrauchten wässrigen Phase, die ebenso Öle enthalten kann, verbundene Energiekosten.
4. Energiekosten nicht nur für das Knetverfahren, sondern auch für die Trocknung der Spülung, um jegliches Wasser zu entfernen.
5. Die Gesamtkreislaufzeiten zur Herstellung des endgültig gefärbten Beschichtungsmittels, zum Beispiel einer Druckfarbe, sind relativ lang, normalerweise 6 bis 18 Stunden.
6. Die Verwendung von Mitteln zur Unterstützung des Spülverfahrens, zum Beispiel oberflächenaktive Stoffe.
7. Preßkuchen organischer Pigmente sind gegen mikrobielle Angriffe instabil und es ist daher möglich Biozide/Fungizide zuzugeben, wobei die Gegenwart dieser in lithographischen Farben unerwünscht ist.

[0004] GB 1,402,011 A befaßt sich mit einem Verfahren zur Herstellung von Pasten aus organischen Pigmenten für Druckfarben unter Verwendung fein zerteilter, roher, organischer Pigmente, die eine Teilchengröße von

nicht mehr als 1 µm aufweisen. Gemäß GB 1,402,011 A, Sp. 2, Z. 65f, können rohe, organische Pigmente, deren Teilchengröße mehr als 1 µm beträgt, durch dieses Verfahren nicht direkt verarbeitet werden.

[0005] Es ist überraschend, daß wir ein Verfahren gefunden haben, daß all diese Nachteile überwindet und andere Vorteile bietet.

[0006] Demnach liefert die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Pigmentkonzentrats, das die Dispergierung trockener, organischer Pigmentgranulate in einem Farblack umfaßt.

[0007] Der Schlüssel dieser Erfindung ist die Verwendung eines trockenen, granulösen Pigments anstelle von Wasser enthaltenden, pigmentierten Ausgangsmaterialien (wodurch das Spülverfahren vermieden wird), was nicht zu den Nachteilen des hierin oben beschriebenen trockenen Pigmentes führt, d. h, sehr niedrige Dispersionsraten, schlechte Endzustände der Dispersion und infolgedessen endgültige Farben schlechter Qualität. Tatsächlich werden die hiervon beschriebenen trockenen, granulösen Produkte unter Verwendung der gleichen Ausrüstung wie für die Spülung sehr schnell und hoch dispergiert, was endgültige Farben ergibt, die zumindest so gut sind wie die, die aus dem herkömmlichen Ausgangsmaterial erhalten wurden. Daher führen die hierin beschriebenen trockenen granulösen Produkte mittels Verfahren, die gegenwärtig mit Wasser enthaltenden Pigmentzusammensetzungen verwendet werden, zum Beispiel pigmentierte Preßkuchen, dem herkömmlichen Spülverfahren gegenüber aber signifikante Vorteile zeigen, zu hoch dispergierten Konzentraten.

1. Wie Preßkuchen sind die granulösen Produkte nicht stäubend, sie sind jedoch leichter zu handhaben und dosierbar, was die Dosierung einfacher und genauer macht.

2. Da die granulösen Produkte während der Herstellung getrocknet werden, ist keine Wasserabfallbehandlung erforderlich.

3. Die Verfahrenszeiten werden aufgrund des schnellen Fortschreitens der Dispersion der Granulate signifikant reduziert.

4. Der Energieverbrauch wird reduziert, da der Trocknungsschritt des Spülverfahrens entfernt wurde.

5. Ladungsgrößen werden durch die Verwendung der trockenen, pigmentierten Granulate erhöht.

6. Die Granulate werden vor der Verwendung als Teil ihres Herstellungsverfahrens standardisiert.

7. Da die Preßkuchen der organischen Pigmente gegen biologische Angriffe instabil sind was zu einer Verschlechterung der Anwendungsleistung in bezug auf Farbcharakteristika führt, so kann dies durch die Verwendung der trockenen standardisierten Granulate umgangen werden.

8. Es sind keine Spülverstärkungsmittel erforderlich.

9. Wie für die Preßkuchen wird herkömmliche Ausrüstung verwendet,.

[0008] Genau wie die deutlich verringerten Bearbeitungskosten liegt die Maschinenzeit, das heißt, die Kreislaufzeit, zwischen 1 und 4 Stunden, normalerweise zwischen 1 und 2 Stunden, in Abhängigkeit des verwendeten Pigments, im Vergleich zu der Kreislaufzeit von 5 bis 16 Stunden bei der Verwendung des herkömmlichen Spülverfahrens.

[0009] Die in diesem Verfahren verwendeten Pigmentgranulate basieren auf herkömmlichen organischen Pigmenten, einschließlich Azo-, Azomethen-, Kupferphthalocyanin-, Anthrachinon-, Nitro-, Perinon-, Chinacridon-, Azo- oder Azomethenmetallsalze- oder -komplexe- und Dipyrrolopyrol. Es können ebenso Gemische von Pigmenten verwendet werden. Das Pigment, das in diesem Verfahren verwendet wird, kann oberflächenbehandelt sein oder nicht, zum Beispiel unter Verwendung von Behandlungen, die normalerweise bei Pigmenten für die Verwendung von Ölfarbsystemen angewendet werden. Die Behandlungen können Zusatzstoffe umfassen, die natürliche oder synthetische Harze sind, die in Form von Nicht-Salzen oder in Form von Salzen vorliegen können.

[0010] Beispiele solcher Harze umfassen Kolofonium, dessen Grundkomponente Abietinsäure ist; ebenso modifiziertes Kolofonium, wie hydriertes, dehydriertes oder disproportioniertes Kolofonium, dimerisiertes oder polymerisiertes Kolofonium, teilweise verestertes Kolofonium, nicht verestertes oder teilweise veresterte Maleinsäure- oder Phenol-modifiziertes Kolofonium. Veranschaulichende Kolofoniumverbindungen umfassen herkömmlich erhältliche Materialien wie Staybeliteharz (hydriertes Kolofonium), Recoldis A-Harz (disproportioniertes Kolofonium) und Dymexharz (dimerisiertes Kolofonium). Der Zusatzstoff kann ebenso ein Amin sein, wie zum Beispiel Kolofoniumamin D (Dehydroabietylamin).

[0011] Es ist ebenso möglich, daß als Teil dieses wasserlöslichen Salzzusatzstoffes eine nicht polare Komponente vorliegt, wie in unserem US-Patent 5366546 beschrieben.

[0012] Nicht polare Komponenten, die zu dem polaren Pigmentzusatzstoff zugegeben werden können, können Kolofonium modifizierte Phenolharze, Kolofonium modifizierte Maleinharze, Kohlenwasserstoffharze, Alkydharze, Phenolharze, Fettsäurealkohole, trocknende, halbtrocknende oder nicht trocknende Öle, Polyolefine, Wachse, Litholacke oder Glanzlacke sein, sind aber nicht auf diese beschränkt.

[0013] Das in der vorliegenden Erfindung verwendete trockene, granulöse Pigment ist ein wenig stäubendes, dosierbares Material mit einer mittleren Größe von 0,1 bis 50 µm, aber stärker bevorzugt von 0,1 bis 20 µm. Unter dem Ausdruck trocken ist ebenso eine Feuchtigkeit von 0 bis 5,0% zu verstehen, aber normaler 0 bis 2,0% Restfeuchtigkeit. Die Granulate, die hierin offenbart sind, werden herkömmlich durch eine breite Palette

bekannter Verfahren hergestellt, beispielsweise umfassend Naßgranulierung unter Verwendung einer Extruder-Granuliermaschine, gefolgt von der herkömmlichen Trocknung des Granulatextrudats, wie im offengelegten japanischen Patent 52568/1983 beschrieben, Sprühtrocknung, wie in US 3,843,380 beschrieben, Granulierung in der Küpe, wie in US 4,255,375 beschrieben oder Fließbett-Granulierung, wie beispielsweise in GB 2036057 beschrieben.

[0014] Die Träger, in die die Pigmentgranulate dispergiert werden, sind normalerweise hydrophob, vom endgültigen Anwendungsgebiet abhängig und umfassen die folgenden: Druckfarblacke, einschließlich derer, die bei Heatset-, Kalttrocken- und Bogenfarben, Lithographiefarben, Zeitungsfarben, Lackblechdruckfarben verwendet werden, sind aber nicht auf diese beschränkt.

[0015] Das Verfahren zur Herstellung der dispergierten Pigmentkonzentrate der Erfindung kann Ausrüstung verwenden, die gegenwärtig von Herstellern gefärbter Konzentrate, die auf Wasser enthaltenden, pigmentierten Ausgangsmaterialien basieren, verwendet werden, daß heißt, Spülen, und umfaßt beispielsweise Kneten, Extrudieren, Hochenergiemischen, bevorzugt aber Kneten des Z-Schaukel-Typs.

[0016] Die dispergierten Pigmentkonzentrate, die so durch dieses Verfahren hergestellt wurden, weisen eine Pigmentkonzentration im Bereich von 20 bis 75% auf, bevorzugt aber 30 bis 60%. Das Verfahren der Herstellung beispielsweise unter Verwendung herkömmlicher Kneten, zum Beispiel vom Z-Schaukeltyp, wird am herkömmlichsten, aber nicht ausschließlich, durch die Zugabe der geeigneten Menge Träger, zum Beispiel eines Druckfarblackes, das Mischen dieses Lackes in dem Mischer, lieber als es in der geeigneten Menge von Granulaten zu dosieren, über einen Zeitraum von 1 bis 20 Minuten, üblicher jedoch 2 bis 5 Minuten, durchgeführt, um einen Brei mit einer 40 bis 80%igen Pigmentkonzentration herzustellen, idealer Weise jedoch 50 bis 65%. Die Granulate werden schnell getränkt und sind nach 5 bis 45 Minuten dispergiert, öfter jedoch nach 5 bis 30 Minuten. Der resultierende, vollständig dispergierte, viskose Brei wird dann durch die vorsichtige Zugabe eines Trägers, z. B. Farblack, und, wenn erforderlich, jeglicher anderer erwünschter Zusatzstoffe bis zum erforderlichen Pigmentierungsniveau des endgültigen Konzentrats, verdünnt. Das Konzentrat wird dann für die Verwendung in der entsprechenden Anwendung bei dem erforderlichen Pigmentierungsniveau entladen.

[0017] Die endgültigen Farben, die durch das obige Verfahren hergestellt wurden, sind zumindest in der Qualität denen gleich, die mittels des herkömmlichen Spülverfahrens hergestellt wurden.

[0018] Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele veranschaulicht.

Beispiel 1

[0019] Teil A. Ein mit Harz getränktes Pigment Yellow 12 Produkt, in Preßkuchenform mit einem Feststoffgehalt von 35%, wird hergestellt. Dieser Preßkuchen wird durch eine Walzengranuliermaschine extrudiert, um Spaghetti ähnliche Granulate herzustellen (Durchmesser 6 mm). Diese werden dann in einem Ofen bei 70°C getrocknet. Die Masse des resultierenden Granulatmaterials hat einen Durchmesser von 5 bis 6 mm und die Längen liegen zwischen 0,5 und 3,0 cm.

[0020] Teil B. In einen zweiseitigen Z-Schaukelkneten mit einem Gesamtkammervolumen von 2 Litern werden 120 Gramm Heatset-Ink-Varnish zugegeben. Die Schaufeln werden dann bei 30 und 55 U/min gedreht und 300 Gramm des Granulats aus A werden zugegeben. Das Gemisch wird dann bei der zuvor genannten Schaufelgeschwindigkeit 15 Minuten geknetet. Um Überhitzung zu vermeiden, wird kaltes Wasser durch einen Kühlmantel geführt. Nach 10 bis 15 Minuten hat sich eine viskose, glänzende Masse gebildet. Über einen Zeitraum von einer Stunde werden weitere 330 Gramm eines Lackes zugegeben, um eine pastenartige Masse zu erzeugen, die 60% Heatset-Ink-Varnish und 40% Pigmentprodukt enthält.

[0021] Teil C. 52,5 Gramm des in B hergestellten Konzentrats werden verwendet, um eine endgültige Heatset-Ink, die 15% des originalen granulösen Produktes enthält, herzustellen. Diese Farbe wird gegenüber einer herkömmlichen feinen Pulverart des gleichen PY-12-Produktes verglichen, das unter Verwendung desselben Lackiersystems als eine 15%ige Farbe auf einer Dreiwalzenmühle hergestellt wurde.

Beispiele 2 bis 8

[0022] Die folgenden Beispiele, Tabelle 1: Beispiele 2 bis 8, werden auf die in Beispiel 1 beschriebene Weise hergestellt.

Tabelle 1

Beispiel	Pigment	Harz (%)	Lack	Ausgangsprodukt (%)	Endprodukt (%)	Gesamtverfahrenszeit
2.	Pigment Red 75.1	21 %	Heatset	50 %	20 %	2 h
3.	Pigment Yellow 12	0 %	Heatset	60 %	21 %	1 h 30 min
4.	Pigment Yellow 12	40 %	Heatset	60 %	21 %	2 h 30 min
5.	Pigment Yellow 13	32 %	Heatset	60 %	40 %	1 h
6.	Pigment Blue 15.3	10 %	Heatset	50 %	40 %	1 h
7.	Pigment Yellow 174	32 %	Heatset	50 %	40 %	1 h
8.	Pigment Red 57.1	21 %	Heatset	50 %	40 %	1 h

Beispiel 9

[0023] Teil A. Ein mit Harz getränktes Pigment Yellow 174 Produkt, in Preßkuchenform mit einem Feststoffgehalt von 35%, wird hergestellt. Dieser Preßkuchen wird durch eine Walzengranuliermaschine extrudiert, um Spaghetti ähnliche Granulate herzustellen (Durchmesser 6 mm). Diese werden dann in einem Ofen bei 70 °C getrocknet. Die Masse des resultierenden Granulatmaterials hat einen Durchmesser von 5 bis 6 mm und die Längen liegen zwischen 0,5 und 3,0 cm.

[0024] Teil B. In einen zweischneidigen Extruder-Z-Schaufelknetzer mit einem Gesamtkammervolumen von 26 Litern werden 7,2 Kilogramm einer Heatset-Ink-Varnish-Komponente zugegeben. Die Schaufeln werden dann bei 35 und 56 U/min gedreht und der Extruder auf dem Grund der Mischpfanne dreht sich in die entgegengesetzte Richtung, um das Material zurück in die Masse zu drücken. 4,8 Kilogramm des Granulats aus A werden dann zu der Masse zugegeben. Das Gemisch wird bei den zuvor genannten Schaufelgeschwindigkeiten 60 Minuten geknetet. Um Überhitzung zu vermeiden, wird kaltes Wasser durch einen Kühlmantel geführt. Nach 60 Minuten wird die Extruderrichtung umgekehrt, um die Masse durch eine 10 mm Schneidplatte zu extrudieren. Dies ergibt ein zylindrisches Extrudat, das 60% Ink-Varnish-Komponenten und 40% Pigmentprodukt enthält.

[0025] Teil C. 37,5 Gramm des in B hergestellten Konzentrats werden verwendet, um eine endgültige Heatset-Ink, die 15% des originalen granulösen Pigmentproduktes enthält, herzustellen. Diese Farbe wird gegenüber einer herkömmlichen feinen Pulverart des gleichen PY-174-Produktes verglichen, das unter Verwendung desselben Lackiersystems als eine 15%ige Farbe auf einer Dreiwalzenmühle hergestellt wurde.

[0026] Das in B hergestellte Konzentrat wird unter Verwendung verschiedener Verfahren, wie Dreiwalzenmühle oder Perlenmühle, ebenso zu endgültigen Farben reduziert.

Beispiele 10 bis 12

[0027] Die in Tabelle 2 aufgelisteten Beispiele werden auf dieselbe Weise hergestellt und vollendet, wie in Beispiel 9

Tabelle 2

Beispiel	Pigment	Harz (%)	Lack	Ausgangsprodukt (%)	Endprodukt (%)	Gesamtverfahrenszeit
10.	Pigment Yellow 174	32 %	Heatset	50 %	50 %	1 h 30 min
11.	Pigment Yellow 174	32 %	Heatset	40 %	40 %	1 h 30 min
12.	Pigment Yellow 174	32 %	Heatset	60 %	50 %	1 h 30 min

Beispiel 13

[0028] Die Tabelle 3 veranschaulicht deutlich die Kostenvorteile der Erfindung bei Verwendung eines Z-Schaufelmischers, im Vergleich zu dem äquivalenten Spülverfahren, das auf üblichem Preßkuchen-Ausgangsmaterial, das 40 bis 50% Feuchtigkeit enthält, basiert.

Tabelle 3

Ausgangsmaterial	Verfahrenszeit (h)	Arbeit (Mann-h)	elektrische Leistung (kW/h)	Dampfverwertung (t)
Pigment Rubin 57.1 Preßkuchen	10	10	255	2,7
Pigment Rubin 57.1 Granulat	1,5	1,0	70	0
Pigment Yellow 12 Preßkuchen	5,5	5,5	140	2,7
Pigment Yellow 12 Granulat	2,0	1,0	70	0
Pigment Blue 53.1 Preßkuchen	8,0	8,0	205	1,8
Pigment Blue 53.1 Granulat	2,0	1,0	70	0

[0029] Aus der obigen Tabelle ist die signifikant verbesserte Wirtschaftlichkeit der Herstellung gefärbter Konzentrate, die auf trockenen, granulösen Ausgangsmaterialien basieren, im Vergleich zum üblichen Spülverfahren deutlich zu erkennen.

Beispiel 14

[0030] Dem Verfahren von Beispiel 9, Teil C folgend werden Tinten aus Pigment Rubin 57.1-Konzentraten aus Beispiel 13 hergestellt. Die Qualität der resultierenden Tinten wird in Tabelle 4 gezeigt, wobei die Tinte, die aus einer Preßkuchenspülung stammt, als Standard verwendet wird.

Tabelle 4

Ausgangsmaterial	Dispersionsgrad	Glanz	Stärke	Transparenz
Spülkonz., basierend auf Preßkuchen	Standard	Standard	Standard	Standard
Konz., basierend auf trockenem Granulat	besonders gut	besonders gut	gleich	gleich

Beispiel 15

[0031] Teil A. In einen zweischneidigen Z-Schaufelknetter mit einem Gesamtkammervolumen von 3 Litern werden 300 Gramm eines Heatset-Farbenlackes gegeben, gefolgt von 300 Gramm granulösem Pigment Rubin 57.1, das 83% Pigment Rubin 57.1 und 17% eines modifizierten Abietinsäureharzes enthält. Der Knetter wird mit einer langsamen Geschwindigkeit (Schaufelgeschwindigkeiten 16 und 8 U/min) gestartet, um das Pigmentgranulat in den Lack unterzuheben. Nach 5 Minuten werden die Geschwindigkeiten auf 32 und 18 U/min und nach weiteren 8 Minuten langsam auf 56 und 30 U/min erhöht. Das Gemisch wird weitere 30 Minuten geknetet. Über einen Zeitraum von 15 Minuten wird dann weiterer Lack zugeführt, um die Konzentration auf 40% zu reduzieren und es wird weitere 15 Minuten geknetet.

[0032] Gesamtverfahrenszeit: 90 Minuten

[0033] Teil B. Eine 15%ige Heatset-Tinte, die aus dem obigen 40%igen Konzentrat auf einer Dreiwalzenmühle hergestellt wurde, zeigt ähnliche Farbeigenschaften und Dispersionsgrade, wie eine herkömmliche Pulvertinte, die unter Verwendung desselben Rubin-57.1-Produktes hergestellt wurde. Auch eine Tinte, die auf herkömmlichem Spülen basiert, zeigt der Tinte aus dem 40%igen Konzentrat aus Teil A ähnliche Anwendungseigenschaften.

[0034] Beispiele 16 bis 22 werden auf die gleiche Weise wie in Beispiel 9 beschrieben hergestellt.

Tabelle 2

Bsp.	Pigment	Harz (%)	Lack	Ausgangsprodukt (%)	Endprodukt (%)	Gesamtverfahrenszeit
16	Blue 15.3	10	Heatset	50	40	1 h 45 min
17	Yellow 188	40	Heatset	60	40	1 h 45 min
18	Yellow 12	40	Bogen	56	40	40 min
19	Yellow 13	32	Bogen	55	40	1 h 10 min
20	Yellow 12	40	Bogen	60	30	1 h 10 min
21	Red 57.1	20	Rollenoffset	55	35	1 h 10 min
22	Blue 15.3	10	Rollenoffset	55	40	1 h 30 min

Beispiele 17 bis 23

[0035] In einen Z-Schaufelknetter mit einer Nominalkapazität von 2 Litern werden 200 Gramm eines Heatset-Farbenlackes gegeben, gefolgt von 260 Gramm granulösem Pigment Yellow 12, das 60% Chromophor und 40% modifiziertes Abietinsäureharz umfaßt und eine mittlere Teilchengrößeverteilung, die größer als 3 mm ist, aufweist. Der Knetter wird mit einer langsamen Geschwindigkeit gestartet, um das Pigment unterzuheben. Nach 5 Minuten wird die Geschwindigkeit langsam auf das Maximum erhöht und das Kneten begonnen (10 Minuten). Das Kneten wird weitere 30 Minuten fortgeführt, um vollständige Dispersion und Homogenität sicherzustellen.

[0036] Gesamtverfahrenszeit: 40 Minuten

Beispiel 24

[0037] In einen Z-Schaufelknetter mit einer Nominalkapazität von 2 Litern werden 200 Gramm eines Heatset-Farbenlackes gegeben, gefolgt von 260 Gramm granulösem Pigment Yellow 12, das 60% Chromophor und 40% modifiziertes Abietinsäureharz umfaßt und eine mittlere Teilchengrößeverteilung, die größer als 1 mm, aber kleiner als 3 mm ist, aufweist. Der Knetter wird mit einer langsamen Geschwindigkeit gestartet, um das Pigment unterzuheben. Nach 5 Minuten wird die Geschwindigkeit langsam auf das Maximum erhöht und das

Kneten begonnen (10 Minuten). Das Kneten wird weitere 40 Minuten fortgeführt, um vollständige Dispersion und Homogenität sicherzustellen.

[0038] Gesamtverfahrenszeit: 50 Minuten

Beispiel 25

[0039] In einen Z-Schaufelknetter mit einer Nominalkapazität von 2 Litern werden 200 Gramm eines Heat-set-Farbenlackes gegeben, gefolgt von 260 Gramm granulösem Pigment Yellow 12, das 60% Chromophor und 40% modifiziertes Abietinsäureharz umfaßt und eine mittlere Teilchengröße-Verteilung, die größer als 100 µm, aber kleiner als 1 mm ist, aufweist. Der Knetter wird mit einer langsamen Geschwindigkeit gestartet, um das Pigment unterzuheben. Nach 5 Minuten wird die Geschwindigkeit langsam auf das Maximum erhöht und das Kneten begonnen (10 Minuten). Das Kneten wird weitere 45 Minuten fortgeführt, um vollständige Dispersion und Homogenität sicherzustellen.

[0040] Gesamtverfahrenszeit: 55 Minuten

Beispiel 26

[0041] In einen Z-Schaufelknetter mit einer Nominalkapazität von 2 Litern werden 200 Gramm eines Heat-set-Farbenlackes gegeben, gefolgt von 260 Gramm granulösem Pigment Yellow 12, das 60% Chromophor und 40% modifiziertes Abietinsäureharz umfaßt und eine mittlere Teilchengröße-Verteilung, die kleiner als 100 µm ist, aufweist. Der Knetter wird mit einer langsamen Geschwindigkeit gestartet, um das Pigment unterzuheben. Nach 10 Minuten wird die Geschwindigkeit langsam auf das Maximum erhöht und das Kneten begonnen (20 Minuten). Das Kneten wird weitere 40 Minuten fortgeführt, um vollständige Dispersion und Homogenität sicherzustellen.

[0042] Gesamtverfahrenszeit: 70 Minuten

Beispiel 27

[0043] Die in den Beispielen 17 bis 20 hergestellten 54,55%igen Konzentrate werden durch das Mischen in einer Dreiwalzenmühle zu 15%igen Farben reduziert. Im Vergleich zu herkömmlichen Pulverfarben, die aus demselben Produkt hergestellt wurden, zeigen die Beispiele 23 und 24 verbesserte Anwendungseigenschaften, wobei die Beispiele 25 und 26 ähnliche Eigenschaften zeigen.

Beispiel 28

[0044] Beispiel 15 wird unter Verwendung eines Kneters mit einer einzelnen Geschwindigkeit wiederholt. Die Hälfte des Granulats wird in einen Knetter gegeben, der vollständig mit Lack gefüllt ist und wie in Beispiel 15 verarbeitet. Nach ungefähr 10 Minuten wird die Maschine angehalten und das verbleibende Granulat wird zugegeben und das Verfahren wird wiederholt.

Beispiel 29

[0045] Teil A. In einen Doppelschneckenextruder, der bei 300 U/min rotiert, werden 5 kg des in Teil A in Beispiel 9 beschriebenen Granulats kontinuierlich eingefüllt, gleichzeitig mit 3,35 kg einer Heatset-Farbenkomponente (1), gefolgt von 3,25 kg einer Farbenkomponente (2) bei einer zweiten Ladungsöffnung des Extruders. Der Extruder wird durch in einem Kühlmantel zirkulierendes kaltes Wasser abgekühlt, um Überhitzung zu vermeiden. Am Ende der Entladung des Extruders hat sich ein zylindrisches Extrudat gebildet, das 57% einer Farbenlackkomponente und 43% Pigmentprodukt enthält.

[0046] Teil B. 37,5 Gramm des in A hergestellten Konzentrats werden verwendet, um eine endgültige Heatset-Farbe herzustellen, die 15% des originalen Pigmentprodukts enthält. Die Farbe wird gegenüber einer herkömmlichen feinen Pulversion aus demselben PY 174, das als eine 15%-Farbe auf einer Dreiwalzenmühle unter Verwendung desselben Lacksystems hergestellt wurde, bewertet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Pigmentkonzentrats, umfassend die Dispergierung von trockenen organischen Pigmentgranulaten in einem Farblack.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die trockenen Granulate durch die Naßgranulierung, gefolgt von der Trocknung hergestellt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die trockenen Pigmentgranulate 0 bis 5% Feuchtigkeit besitzen.
4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die trockenen Granulate eine mittlere Größe von 0,1 bis 50 mm haben.
5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Pigment ein Azo-, Azomethen-, Kupferphthalocyanin-, Anthrachinon-, Nitro-, Perinon-, Chinacridon-, Azo- oder Azomethinmetallsalz oder -komplex- oder Dipyrrolopyropigment oder Gemische hiervon ist
6. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Pigment gegebenenfalls mit einem natürlichen oder synthetischen Harz getränkt ist.
7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Pigmentgranulate ebenso eine nicht polare Komponente enthalten.
8. Verfahren nach Anspruch 1, das in einem Knetter, einem Knetter/Extruder, einem Extruder oder in einer anderen Dispergierausrüstung durchgeführt wird.
9. Dispergiertes Pigmentkonzentrat, hergestellt nach einem Verfahren, wie in einem der vorangegangenen Ansprüche beansprucht.
10. Konzentrat nach Anspruch 9, das 20 bis 75% Pigment enthält.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen