



(10) **DE 10 2010 044 768 B4** 2014.05.15

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 044 768.4**

(22) Anmeldetag: **08.09.2010**

(43) Offenlegungstag: **08.03.2012**

(45) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung: **15.05.2014**

(51) Int Cl.: **C04B 20/10** (2006.01)

C04B 14/02 (2006.01)

C08K 9/04 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**bene_fit systems GmbH & Co. KG, 92242,
Hirschau, DE**

(72) Erfinder:

**Kräuter, Reinhard, 92237, Sulzbach-Rosenberg,
DE**

(74) Vertreter:

Hannke Bittner & Partner, 93049, Regensburg, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	601 17 727	T2
DE	23 43 144	A
EP	2 251 076	A2

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers, farbig beschichtetes Pulver und dessen Verwendung**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers mit einer mittlere Korngrößen von $d_{50} < 0,1 \text{ mm}$

dadurch gekennzeichnet, dass

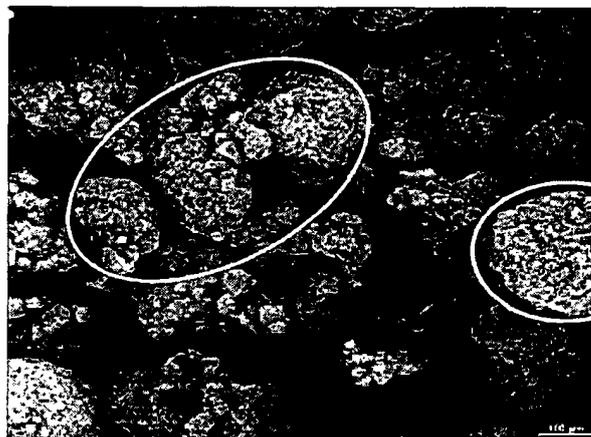
– ein Trägermaterial in einem Intensivmischer unter Einwirkung sehr hoher Scherkräfte mit einem organischen oder anorganischen Bindemittel oder Mischungen dieser Bindemittel und einem Pigment beschichtet wird,

– wobei die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungsvorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken

• entweder durch die Verwendung eines Hochintensivmischers, der eine Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega^2 R/g \gg 1$ und eine spez. Leistung von $P_v = 300\text{--}1100 \text{ kW/m}^3$ aufweist,

• oder durch einen Zusatz eines Scheradditiv, welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein umfasst, zu der Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment bei Verwendung eines Standardmischers, erreicht werden

– und die sehr hohen Scherkräfte dazu geeignet sind, Pigmentaggregate zu zerstören und weitgehend in Pigmentpartikel zu überführen und somit eine homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln zu ermöglichen.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers mit einer mittleren Korngrößen von $d_{50} < 0,1$ mm und ein farbig beschichtetes Pulver mit mittleren Korngrößen von $< 0,1$ mm. Weiterhin betrifft die Erfindung die Verwendung dieser farbig beschichteten Pulver zur Wandbeschichtung, in Farben, zur Papier- oder Folienbeschichtung, in polymeren Systemen, wie Thermoplast, Duroplast, Elastomer, in hydraulischen Systemen, als Träger von reaktiven Materialien, in Lacken, in Systemen zur Fußbodenbeschichtung oder als Füllstoff.

[0002] Farbige Granulate finden in vielen technischen Bereichen Anwendung. Beispielsweise werden derartige Granulate oder Pulver als Wandbeschichtung, in Farben, zur Papier- oder Folienbeschichtung, in Lacken, in Systemen zur Fußbodenbeschichtung, in hydraulischen Systemen, als Träger von reaktiven Materialien oder als Füllstoff in polymeren Systemen (Thermoplast, Duroplast, Elastomer) verwendet. Für alle der genannten Anwendungen werden farbige Pulver in sehr großen Mengen eingesetzt. Bei diesen Anwendungen werden hohe Anforderungen insbesondere in Bezug auf eine dauerhafte Bindung der Farbpigmente mit den einzelnen Pulver- oder Granulatpartikeln und die gleichmäßige Verteilung der Farbpigmente über die Oberfläche der einzelnen Pulver- oder Granulatpartikel gestellt.

[0003] Nach dem Stand der Technik werden farbige Granulate durch verschiedene Verfahren hergestellt. Meist wird dazu ein granuläres Trägermaterial mit einer Farbschicht in dem gewünschten Farbton ummantelt. Ein großes Problem bei diesem Verfahren ist, dass die Farbstoffpartikel nicht nur eine Affinität zu der Granulatoberfläche aufweisen, sondern auch untereinander wechselwirken können, wodurch sich Agglomerate bilden. Dadurch werden Farbstoffpigmente gebunden, die somit nicht zur Beschichtung der Granulatoberflächen zur Verfügung stehen. Um dennoch einen ausreichend gleichmäßigen Farbüberzug über die einzelnen Granulatpartikel gewährleisten zu können, muss teilweise ein sehr großer Überschuss an den vergleichsweise teuren Farbstoffen eingesetzt werden.

[0004] Insbesondere für die Anwendung in organischer Matrix (z. B. Epoxidharz) oder anorganischer Matrix (z. B. hydraulische/zementöse Systeme) zur Beschichtung von z. B. Fußboden- oder Wandflächen im Innen- und/oder Außenbereich ist eine besonders deckende und gleichmäßige Färbung der einzelnen Granulatpartikel gewünscht. Eine besonders anspruchsvolle Verwendung der farbigen Granulate besteht in dem Einsatz in polymeren Werkstoffen, z. B. für die Herstellung von z. B. acrylat- oder polyestergebundenen Küchenspülen oder Waschbecken. Diese sind in der Regel mineralgefüllt. Da der Benutzer derartig verwendete Granulate ständig in seinem häuslichen Umfeld hat und täglich mit diesen in Kontakt kommt, werden hier besonders hohe Anforderungen an eine ansprechende, homogene und dauerhafte Optik gestellt.

[0005] Bislang werden in den beschriebenen Anwendungen meist farbige grobkörnige Granulate (0,1 mm bis hin zu 5 mm), gegebenenfalls neben unbeschichteten Füllstoffpulvern, eingesetzt. Die hierfür eingesetzten farbigen Granulate sind üblicherweise mit einem anorganischen Bindemittel beschichtet, in das farbige Pigmente eingebunden werden. Häufig werden Alkalisilikatlösungen als Bindemittel und Quarzsand als Trägermaterial verwendet. Die Alkalisilikatlösung wird bei einem Brennvorgang dauerhaft mit der Quarzoberfläche verbunden. Bei einem derartigen Brennvorgang, der ab einer Temperatur von etwa 200°C stattfindet, kommt es sowohl zu einer chemischen Bindung zwischen der Alkalisilikatlösung und den Pigmentpartikeln als auch zwischen der Alkalisilikatlösung und der Quarzoberfläche. Durch diesen Vorgang wird die Bindung der Pigmentpartikel an die Quarzoberfläche erreicht.

[0006] Eine andere Variante zur Herstellung farbiger Granulate ist die Beschichtung von körnigen Trägern $> 0,1$ mm mit Pigmenten, wobei die Pigmente entweder als Pulver oder als Paste zusammen mit einem organischen Bindemittel auf der Trägeroberfläche fixiert werden. Das organische Bindemittel kann beispielsweise ein Duroplast (z. B. Epoxyd-Acrylat-, oder Polyurethanharz) oder aber auch organische Siliziumverbindungen wie z. B. Silikone sein.

[0007] US 2 927 045 A offenbart ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen farbigen Granulaten, die an ihrer Oberfläche mit Farbpigmenten mittels eines Bindemittels beschichtet werden. Als Bindemittel wird Alkalisilikat verwendet. Die Granulate werden innerhalb eines Drehrohrofens direkt erhitzt.

[0008] US 5 362 566 A beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von anorganischen farbigen Granulaten, bei dem ein Bindemittel, Pigmente und gegebenenfalls Additive verwendet werden. Wiederum wird ein direkt beheizter Drehrohrofen verwendet.

[0009] In DE 40 18 619 A1 ist ein Verfahren zur oberflächlichen Färbung von Sanden und anderen mineralischen Stoffen unter Verwendung eines Methylsilikonharzes, Methylphenylsilikonharzes oder Polysiloxan-Polyesterharzes in organischem Lösemittel beschrieben. Die Farbbeschichtung wird durch Abdampfen des Lösemittels bei Raumtemperatur getrocknet. Des Weiteren wird die Einarbeitung dieser Farbsande in Kunstharzputze und Mosaik offenbart.

[0010] US 5 240 760 A offenbart die Oberflächenbehandlung von Granulaten für asphaltbasierte Dachschindeln mit Polysiloxan um der Staubbildung entgegenzuwirken und die Granulate Wasser- und Öl-abweisend einzustellen.

[0011] JP 3 122 075 A beschreibt die Herstellung von mehrfarbigen Zementoberflächen durch Einstreuen von farbigem Sand, der mit einem Silikonharz überzogen wurde. Dieses Silikonharz bewirkt, dass die anschließend auf die Oberfläche aufgetragene Acrylfarbe von den eingestreuten farbigen Sandkörnern abperlert und nur die Zementoberfläche in den Zwischenräumen eingefärbt wird.

[0012] Die Druckschrift DE 601 17 727 T2 offenbart als Pigment bezeichnete Kompositpartikel im Größenbereich zwischen 0,001–10 µm, welche durch Beschichtung weißer Basispartikel mit Pigmentpartikeln erhalten werden. Diese beschichteten Kompositpartikel (Pigmente) können z. B. als färbender Bestandteil eines Anstrichs oder einer Farbe verwendet werden.

[0013] Die DE 23 43 144 A offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines gefärbten Polymergranulats. Dabei werden ein Pigment und ein thermoplastisches Polymergranulat durch intensives Mischen miteinander vermengt. Die Pigmentpartikel verteilen sich dabei gleichmäßig über die Granulatoberfläche und sorgen für einen gleichmäßigen Farbeindruck.

[0014] Die EP 2 251 076 A2 offenbart ein mehrschichtiges Material, das durch Beschichten eines Granulatpartikels mit einem Pigment hergestellt wird. Dabei erfolgt die Bindung des Pigments auf Granulatpartikel mittels eines Bindemittels, welches bei Temperaturen zwischen 200°C und 800°C behandelt wird.

[0015] Nachteile der beschriebenen Verfahren und Produkte sind beispielsweise, dass diese in erster Linie nur auf granulartartige Trägermaterialien mit einer Korngröße > 0,1 mm beschränkt sind und dass diese zum Teil verfahrenstechnisch sehr aufwändig und daher auch vergleichsweise teuer sind.

[0016] Neben den im Stand der Technik beschriebenen farbig beschichteten Granulaten sind im Zusammenhang mit dieser Erfindung auch noch die Pigmente an sich, bei denen es sich ebenfalls um Pulver handelt und deren Verwendung in den beschriebenen Endanwendungen zu nennen. Die direkte Verwendung von Farbpigmenten z. B. in polymeren oder hydraulischen Systemen hat den Nachteil, dass die Pigmente in diesen Systemen nur unbefriedigend dispergiert und ungenügend in die Primärpartikel zerlegt werden können und so ihre Farbwirkung stark eingeschränkt wird, wodurch ein Mehrbedarf an Pigmenten schließlich zu höheren Kosten führt. Daneben ist entscheidend, dass die Pigmente nur ungenügend in der umgebenden Harzmatrix eingebunden werden. Insbesondere bei Kontakt mit Feuchtigkeit, wie dies bei allen genannten Anwendungen immer der Fall sein kann, kommt es zur Auswaschung von Pigmentpartikeln und in der Folge zu einer unerwünschten Farbänderung bzw. Aufhellung. Weiterhin kann es beim Mischen von Komponenten und Pigment zu Entmischungseffekten oder auch zum Aufschwimmen von Pigment kommen, was letztlich zu einer unerwünschten inhomogenen Farbwirkung in der Endanwendung führt, beispielsweise in hydraulischen Systemen.

[0017] Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers bereitzustellen, wobei das Pulver in organische oder anorganische Matrices einbettbar ist und mittlere Korngrößen von $d_{50} < 0,1$ mm aufweist. Das Verfahren sollte eine gegenüber dem Stand der Technik verbesserte homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln ermöglichen. Weiterhin sollten die erhaltenen Pulver zur Verwendung als Füllmaterial oder optisches Effektmaterial in organisch oder anorganisch gebundenen Systemen geeignet sein und die oben genannten Nachteile der Auswaschung, des Ausbleichens oder störender Farbinhomogenitäten nicht aufweisen.

[0018] Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren nach Anspruch 1, ein farbig beschichtetes Pulver nach Anspruch 10 und die Verwendung dieser farbig beschichteten Pulver nach Anspruch 11.

[0019] Ein wesentlicher Aspekt der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers mit einer mittlere Korngrößen von $d_{50} < 0,1$ mm wobei ein Trägermaterial in einem Intensivmischer unter Einwirkung sehr hoher Scherkräfte mit einem organischen oder anorganischen Bindemittel oder Mischungen

dieser Bindemittel und einem Pigment beschichtet wird, wobei die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungsvorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken entweder durch die Verwendung eines Hochintensivmischers, der eine Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega^2 R/g \gg 1$ und eine spez. Leistung von $P_v = 300\text{--}1100 \text{ kW/m}^3$ aufweist, oder durch einen Zusatz eines Scheradditiv, welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein umfasst, zu der Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment bei Verwendung eines Standardmischers, erreicht werden und die sehr hohen Scherkräfte dazu geeignet sind, Pigmentaggregate zu zerstören und weitgehend in Pigmentpartikel zu überführen und somit eine homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln zu ermöglichen.

[0020] Dieses Verfahren zeichnet sich dadurch aus, dass die Farbpigmente und evtl. vorliegende Agglomerate von Farbpigmenten während des Herstellprozesses auf einfache und kostengünstige Weise weitgehend in die Primärpartikel (Pigmentpartikel) überführt werden können. In dieser Form werden sie auf das Trägermaterial (die Pulver- oder Granulatpartikel) aufgebracht und mittels eines Bindemittels auf diesem fixiert. Da Agglomerate von Farbpigmenten auf diese Weise fast vollständig in ihre Primärpartikel zerlegt werden können und somit die gesamte Menge an Farbpigmenten zur Ausbildung einer homogenen Farbschicht auf dem zu beschichtenden Trägermaterial zur Verfügung steht, ist es ohne weitere aufwändige Verfahrensschritte und ohne einen großen Überschuss an dem vergleichsweise teuren Farbstoff einsetzen zu müssen möglich, eine gegenüber dem Stand der Technik außerordentlich homogene farbige Beschichtung auf das Trägermaterial aufzubringen. Dadurch kommt die Farbwirkung der Farbpigmente auf dem beschichteten Träger besonders gut und gleichmäßig zum Ausdruck.

[0021] Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird vermieden, dass Farbpigmente sich mit dem Bindemittel vermischen und separate bindemittelhaltige Farbpigmentaggregate bilden. Dass dieser Prozess der Bildung von Farbpigmentaggregaten einen stark negativen Einfluss auf die Produktqualität der erhaltenen farbigen Pulver hat, ist aus den im Folgenden angegebenen Negativbeispielen ersichtlich.

[0022] Durch dieses Verfahren wird außerdem eine sehr gute Mischung der Pigmentpartikel mit dem Bindemittel erreicht, was dazu führt, dass die farbigen Pigmentpartikel sehr fest an den Granulat- oder Pulverpartikeln haften. Auch unter Einwirkung von Scherkräften sind die farbig beschichteten Pulver besonders abriebstabil, was zu einem langen Erhalt der ursprünglichen Farbe führt. Außerdem sind diese farbig beschichteten Pulver auch besonders stabil in Bezug auf das Auswaschen von Farbpigmenten beim Einwirken von Lösungsmitteln. In der Anwendung in organischer oder anorganischer Matrix haben die erfindungsgemäßen Produkte somit den Vorteil, dass die Pigmente, weil sie stärker an der Matrix und somit auch an den Trägerpartikel fixiert sind, deutlich weniger leicht aus dem Material der Endanwendung austreten können, z. B. ausgewaschen werden können. Dies reduziert deutlich die Farbabweichungen. Diese Stabilität kann weiter verbessert werden, indem die farbigen Pulvermaterialien an der Oberfläche zusätzlich mit oberflächenfunktionalen Produkten beschichtet werden. Dadurch kommt es zu einer noch besseren Einbindung in die umgebende Matrix. Als oberflächenfunktionale Produkte können beispielsweise Silane eingesetzt werden.

[0023] Gleichzeitig kann bei der Herstellung der farbig beschichteten Pulver ein Preisvorteil erzielt werden, da aufgrund der sehr guten Dispergierung der Farbpigmente (in Folge der Überführung der unnutzbaren Farbpigmentaggregate in die einzelnen nutzbaren Pigmentpartikel) weniger hochpreisiges Pigment notwendig ist, um die gleiche Farbwirkung in der Endanwendung zu erzielen. Insbesondere durch die parallele Beschichtung der Trägermaterialien mit den nutzbaren Pigmentpartikeln wird ein erneutes Agglomerieren der Pigmentpartikel vermieden und somit die benötigte Pigmentmenge zur Ausbildung eines gewünschten Farbtons deutlich verringert.

[0024] Die Froude-Zahl ist definiert als das Verhältnis zwischen Zentrifugalraft zu Gravitationskraft, die auf ein Partikel wirken. Da dies innerhalb eines Mischers aufgrund der unterschiedlichen Partikelpositionen nicht für alle Partikel gleich ist, wird als Maß für derartigen Mischer oft die Werkzeug-Froude-Zahl in der oben genannten Form verwendet, bei der ω die Kreisfrequenz, R den Außenradius der Mischwerkzeuge und g die Erdbeschleunigung darstellt.

[0025] Durch das Mischen des Trägermaterials, des Bindemittels und des Pigments in Mischern mit einer derart hohen Werkzeug-Froude-Zahl werden die einzelnen Partikel im zunehmenden Maße durch die in dem Mischer durch die Rotation der Mischblätter eingebrachte Energie ähnlich einer Zentrifuge nach außen in Richtung der Wandung gedrückt. Einzelne Partikel werden aus diesem Verbund herausgeschleudert und es erfolgt eine intensive Vermischung aufgrund der somit mechanisch erzeugten Wirbelschicht. Mit zunehmendem Energieeintrag werden die Partikel verstärkt in der sogenannten Ringschicht verdichtet. Dies schränkt einerseits

die Partikelbeweglichkeit ein, erhöht jedoch die drastisch die zwischen den Partikeln (oder zwischen Partikeln und der Mischerwand) wirkende Reibung. Die durch die Mischblätter eingebrachte Energie in Verbindung mit der hohen Rotationsgeschwindigkeit sorgt somit dafür, dass auf die einzelnen Partikel besonders hohe Scherkräfte wirken. Diese wiederum sorgen dafür, dass Farbpigmentaggregate aufgebrochen werden und ein erneutes Agglomerieren verhindert wird.

[0026] Gleichzeitig bewirkt die hohe Energie eine verstärkte Wärmeentwicklung, welche im Idealfall bereits eine Bindung der Pigmentpartikel auf der Trägermaterialoberfläche bewirkt, was ebenfalls einer erneuten Agglomeratbildung entgegenwirkt.

[0027] In einer Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers werden wie oben beschrieben die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungsvorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken, durch einen Zusatz von Additiven zu dieser Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment und die Verwendung eines Standardmischers erreicht, wobei mindestens eines der Additive ein Scheradditiv darstellt welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein oder sonstige geeignete Materialien umfasst.

[0028] Der Zusatz dieser grobkörnigen Scheradditive zu der Mischung aus Trägermaterial, Bindemittel und Pigment bewirkt, dass bei einer Rotation der Mischwerkzeuge diese Scheradditive ein gegenüber den feineren Materialien der Mischung verändertes Bewegungsprofil aufweisen und diese sich somit mit einer veränderten Relativgeschwindigkeit zu den Trägermaterial- und Pigmentpartikeln bewegen. Auf deren Oberflächen wirken somit zusätzliche Scherkräfte, die ein Aufbrechen der Pigmentagglomerate begünstigen. Somit ist es möglich, dass bei Zusatz derartiger Scheradditive bereits in einem Standardmischer Scherraten erreicht werden können, die ausreichen, um die Pigmentagglomerate zu zerstören. Insbesondere bei verhältnismäßig hohen Mischgeschwindigkeiten bewirken diese Scheradditive jedoch eine zusätzliche Vermischung und damit Relativbewegung der einzelnen Trägermaterial- und Pigmentpartikeln und somit auch eine homogene Vermischung dieser untereinander und mit dem Bindemittel.

[0029] In einer besonders bevorzugten Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers ist das Trägermaterial ausgewählt aus einer Gruppe, welche Quarzmehl, natürliche oder synthetische Minerale wie z. B. Kalk, gefälltes $CaCO_3$, Dolomit, Feldspat, Nephelin, Wollastonit oder Korund oder synthetische Pulver auf Basis von z. B. Glas, Polymeren (Thermoplaste, Duroplaste, Elastomere) umfasst. Diese Materialien sind besonders als Trägermaterialien geeignet. Die besondere Eignung kann dabei verschiedene Gründe haben. Einerseits sollte ein Trägermaterial eine möglichst geringe Eigenfarbe mitbringen, um eine möglichst große Vielfalt an Farben zu ermöglichen. Insbesondere dunkle Trägermaterialien sind für die Ausbildung von farbig beschichteten Pulvern mit heller Farbe (z. B. weiß oder gelb) nicht gut geeignet. Außerdem ist ein weiteres Kriterium für die Auswahl der Trägermaterialien, dass sie eine starke Bindung mit dem gewählten Bindemittel eingehen können sollten. Nur wenn diese Bindung die ausreichende Festigkeit aufweist, kann eine dauerhafte Fixierung des Pigments auf dem Trägermaterial gewährleistet sein. Ein weiteres Auswahlkriterium ist die Verfügbarkeit und der Preis der jeweiligen Trägermaterialien. Bei vergleichbaren oder zumindest akzeptablen Eigenschaften können besonders günstig verfügbare Materialien vorteilhaft sein. Insbesondere könnten hier unter anderem Altglas, Bauschutt, Schlacken und Sande von besonderer Bedeutung sein.

[0030] Eine weitere Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers ist dadurch charakterisiert, dass das Trägermaterial zumindest zu einem Großteil in Form von Fasern, Plättchen, Kugeln, oder Stäbchen vorliegt. Derartige vergleichsweise regelmäßige Formen haben den Vorteil, dass einem Betrachter eine geometrisch klar definierte Fläche zugewandt ist, welche einen besonders homogenen Farbedruck vermittelt. Insbesondere der Farbglanz kann somit aufgrund von einheitlichem Reflexionsverhalten besonders vorteilhaft erscheinen. Prinzipiell ist es jedoch auch möglich, unregelmäßig geformte Partikel mit dem beschriebenen Verfahren farbig zu beschichten.

[0031] In einer weiteren bevorzugten Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers besteht das Trägermaterial zu weniger als 50 Ma-% aus Partikeln, welche eine Korngröße von $> 0,1$ mm aufweisen. Eine homogene Beschichtung derartiger besonders feiner Granulate und/oder Pulver ist nach dem Stand der Technik nicht möglich. insbesondere für Anwendungen in der Farben- und Lackindustrie, der Papierindustrie, für Folienbeschichtungen, in hydraulischen Systemen, als Füllstoff und als Träger von reaktiven Materialien sind derart feine farbige Pulver jedoch von besonderem Interesse. Z. B. weisen derartige feine Pulver im Verhältnis zu gröberem Pulvern vergleichbaren Materials ein größeres Verhältnis von Oberfläche zu Gewicht auf. Somit können größere Mengen reaktiven Materials pro Gewichtseinheit des Pulvers auf dessen

Oberflächen aufgebracht und damit die Reaktivität erhöht werden. Dies ist z. B. in Anwendungen von Bedeutung, in denen weitere chemische Reaktionen (z. B. eine Katalyse) an der Oberfläche ablaufen.

[0032] Bei einer weiteren Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers werden als Bindemittel anorganische oder organische Bindemittel oder Mischungen dieser eingesetzt. Die Wahl des jeweiligen Bindemittels kann in Abhängigkeit von dem jeweils verwendeten Trägermaterial und Pigment erfolgen. Das Bindemittel sollte sowohl mit dem Trägermaterial als auch mit dem Pigment eine möglichst feste und dauerhafte Bindung eingehen, um sowohl gegen mechanische als auch chemische äußere Einflüsse weitgehend unempfindlich zu sein. Dadurch wird vermieden, dass das Pigment durch mechanische Beanspruchung von dem Trägermaterial abgelöst wird oder durch beispielsweise Lösungsmittel von diesem abgelöst wird.

[0033] In einer weiteren Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers ist das Bindemittel aus einer Gruppe ausgewählt, welche Polyester, Polyurethane, Epoxid-, oder Acrylatharze, Silikate, Phosphate, Silicone oder Mischungen daraus umfasst. Wie bereits oben beschrieben, sind diese Materialien besonders geeignet, feste und dauerhafte Verbindungen zwischen Trägermaterial und Pigment zu erzeugen. Das Bindemittel kann auch in Abhängigkeit von der späteren Verwendung des farbig beschichteten Pulvers ausgewählt werden. Soll das Pulver beispielsweise als farbige Effektpartikel in eine Polymermatrix eingegossen werden, ist es vorteilhaft, wenn die Oberfläche der Pulverpartikel Eigenschaften aufweist, die mit dem Polymer, in das diese Partikel eingegossen werden, kompatibel ist. Durch eine entsprechende Auswahl kann erreicht werden, dass jedes einzelne Partikel homogen von der Polymermatrix umschlossen wird und beispielsweise Luftporen oder Phasengrenzen vermieden werden. Durch diese würden die Eigenschaften des jeweiligen Produktes teilweise (z. B. in Bezug auf die Haltbarkeit, die Belastbarkeit, die Optik) bis zu einer vom Kunden nicht mehr akzeptierten Art negativ beeinflusst werden.

[0034] In einer weiteren bevorzugten Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers werden als Pigmente anorganische oder organische Pigmente oder Mischungen dieser mit einer Korngröße der Pigmente von $d_{50} < 25 \mu\text{m}$ verwendet, welche z. B. plättchen-, faserförmig oder sphärisch ausgebildet sind. Derartig feine Pigmente lassen sich besonders homogen über die Oberfläche der Trägermaterialpartikel verteilen, wodurch der homogene Farbeindruck weiter verbessert wird. Die Geometrie der Pigmentpartikel kann den Farbeindruck ebenfalls verbessern. Außerdem sind große Verhältnisse von Pigmentoberfläche zu Pigmentvolumen aufgrund der verhältnismäßig großen Kontaktfläche zu dem Bindemittel vorteilhaft für eine starke Bindung an dieses und somit auch an das Trägermaterial.

[0035] Eine weitere bevorzugte Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers zeichnet sich dadurch aus, dass die Pigmente als Pulver, als Lösung, als Paste, als Suspension oder Mischungen davon eingesetzt werden, wobei diese insbesondere fest, pulverförmig, hoch- oder niedrigviskos, wässrig, anorganisch, organisch und/oder stabilisiert vorliegen. Das oben beschriebene Verfahren bietet die Möglichkeit, eine breite Vielzahl an Pigmentzubereitungen einsetzen zu können. Durch die hohen Scherkräfte werden auch Pigmentagglomerate auch aus Pulvern oder hochviskosen Pasten und Suspensionen aufgebrochen. Ebenso ist es möglich, Lösungen oder niederviskose Suspensionen einzusetzen, wobei als Flüssigkeiten sowohl wässrige, anorganische und organische Lösungsmittel verwendet werden können. Durch die während des Mischvorganges aufgrund der hohen eingebrachten Energie und der damit verbundenen Scherkräfte und Reibung zwischen den Partikeln kommt es zu einer deutlichen Temperaturerhöhung, durch welche Flüssigkeiten verdampfen können. Reste der Flüssigkeiten können spätestens in einem nachgeschalteten Trocknungsvorgang entfernt werden.

[0036] Je nach verwendetem Pigment und Flüssigkeit (z. B. Lösungsmittel) kann es notwendig sein, dass zum Stabilisieren der Lösung, der Suspension oder der Paste ein Stabilisierungsmittel zugesetzt werden muss. Derartige stabilisierte Lösungen, Suspension oder Pasten sind erfindungsgemäß ebenfalls möglich. Außerdem ist es möglich dass Submikro- oder Nanopartikel und/oder Zubereitungen, die Submikro- oder Nanopartikel umfassen zur Beschichtung eingesetzt werden. Als Submikropartikel sollen in diesem Zusammenhang (u. a. Pigment-)Partikel verstanden werden, deren d_{50} zwischen $0,1-1 \mu\text{m}$ liegt und als Nanopartikel Partikel, deren d_{50} kleiner oder gleich als 100 nm ist.

[0037] Eine weitere bevorzugte Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nutzt zur Herstellung des farbig beschichteten Pulvers die durch die Scherkräfte entstehende Reibungswärme aus, wobei zusätzlich optional Wärme zu- oder abgeführt werden kann. Der Energieeintrag durch das starke Mischen, verbunden mit der Scherung der Mischung und der Reibung zwischen den einzelnen Partikeln reicht oft aus, um die Mischung bereits auf Temperaturen zu erwärmen, bei denen ein Aushärten des Bindemittels einsetzt und somit die Bindung der Pigmentpartikel auf das Trägermaterial erfolgt. Insbesondere wenn das

Pigment jedoch als Lösung oder als sehr fluide Suspension eingesetzt wird, kann es jedoch vorteilhaft sein, die Mischung zu erwärmen, um ein schnelleres Verdampfen des Lösungsmittels zu erreichen. Ebenfalls kann es notwendig sein, im Anschluss an den Misch- und Beschichtungsvorgang in einem weiteren thermischen Verfahrensschritt das Bindemittel weiter zu erhitzen wodurch eine stärkere Fixierung des gebundenen Pigments möglich wird.

[0038] Im Einzelfall könnte es auch notwendig sein, Energie aus dem Mischer abzuführen um Überhitzungen zu vermeiden. Beispielsweise könnte durch Überhitzung das Farbpigment chemische Reaktionen eingehen (z. B. Oxidation) durch die der Farbton und/oder die Farbintensität verändert wird.

[0039] Neben der Abfuhr von Energie aus dem Mischer kann es aus diesem Grund auch vorteilhaft sein, die Beschichtungsreaktion in einer besonderen Atmosphäre (z. B. Inertgasatmosphäre) durchzuführen. Daher erfolgt in einer Variante des Verfahrens zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers die Herstellung des farbig beschichteten Pulvers unter einer Beaufschlagung mit bestimmten Gasen bei Normal-, Unter- oder Überdruck. Durch eine sauerstofffreie Atmosphäre kann beispielsweise vermieden werden, dass Oxidation eintritt und dadurch die Farbe der Farbpigmente verändert wird. Beispielsweise könnte dies durch eine N_2 -, CO_2 -, oder sogar eine Edelgas-Atmosphäre realisiert werden, wobei vorteilhafterweise diese Atmosphäre einen leichten Überdruck gegenüber der Umgebung aufweist, um das Hineindiffundieren von Sauerstoff zu verhindern. Denkbar wäre auch die Reduzierung des Drucks oder (zur Vermeidung von Reaktionen mit Sauerstoff) sogar die Durchführung der Beschichtung im Vakuum. Ebenso wäre es denkbar, dass die Atmosphäre Gase enthält, die für die Aushärtung des Bindemittels notwendig sind oder diese Beschleunigen.

[0040] Ein weiterer wesentlicher Aspekt der Erfindung ist ein Farbig beschichtetes Pulver mit mittleren Korngrößen von $< 0,1$ mm, dadurch hergestellt, dass ein Trägermaterial in einem Intensivmischer unter Einwirkung sehr hoher Scherkräfte mit einem organischen oder anorganischen Bindemittel oder Mischungen dieser Bindemittel und einem Pigment beschichtet wird, wobei die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungsvorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken entweder durch die Verwendung eines Hochintensivmischers, der eine Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega^2 R/g \gg 1$ und eine spez. Leistung von $P_v = 300-110$ kW/m³ aufweist oder durch einen Zusatz eines Scheradditivs, welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein umfasst, zu der Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment bei Verwendung eines Standardmischers, erreicht werden und die sehr hohen Scherkräfte dazu geeignet sind, Pigmentaggregate zu zerstören und weitgehend in Pigmentpartikel zu überführen und somit eine homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln zu ermöglichen. Derartige farbige Pulver erfüllen die für viele Anwendungen erforderlichen Anforderungen in Bezug auf die dauerhafte Bindung der Farbpigmente und die Beständigkeit dieser Bindung gegenüber Lösungsmitteln. Zusätzlich werden bei den nach diesem Verfahren hergestellten farbig beschichteten Pulvern Agglomerate von Farbstoffpartikeln nahezu vollständig vermieden. Bei ähnlichen farbig beschichteten Pulvern, welche nach anderen Verfahren hergestellt wurden und bei denen Agglomerate von Farbstoffpartikeln nicht durch die spezielle Prozessführung aufgebrochen wurden, liegen diese Farbstoffagglomerate im Endprodukt neben dem farbig beschichteten Pulver vor, unterscheiden sich jedoch in der Farbe deutlich von diesem. Aufgrund der ähnlichen Eigenschaften und der nahezu identischen Größe ist es nicht möglich, derartige Farbstoffagglomerate in einem nachgeschalteten Prozess kostengünstig abzutrennen. Insbesondere für die Anwendungen in Matrices, bei denen die einzelnen eingeschlossenen Partikel im Endprodukt zu sehen sind, ist dies in höchstem Maße unerwünscht. Hier bieten die erfindungsgemäßen farbig beschichteten Pulver deutliche Vorteile gegenüber dem Stand der Technik.

[0041] Ein weiterer wesentlicher Aspekt der Erfindung ist die Verwendung des nach einem der oben beschriebenen Verfahren bzw. der Verfahrensvarianten farbig beschichteten Pulvers zur Wandbeschichtung, in Farben, zur Papier- oder Folienbeschichtung, in polymeren Systemen (Thermoplast, Duroplast, Elastomer), in hydraulischen Systemen, als Träger von reaktiven Materialien, in Lacken, in Systemen zur Fußbodenbeschichtung oder als Füllstoff. Wie bereits erwähnt, finden farbige Granulate in vielen technischen Bereichen Anwendungen. Alle der zuvor genannten Anwendungen nutzen farbige Pulver in sehr großen Mengen, bei denen insbesondere hohe Anforderungen in Bezug auf eine dauerhafte Bindung der Farbpigmente mit den einzelnen Pulver- oder Granulatpartikeln gestellt werden. Außerdem wird eine gleichmäßige Verteilung der Farbpigmente über die Oberfläche der einzelnen Pulver- oder Granulatpartikel und eine möglichst gleiche Färbung aller Pulver- oder Granulatpartikel gefordert. Dadurch, dass bei dem zuvor beschriebenen Verfahren Agglomerate von Farbstoffpigmenten nahezu vollständig zerstört und deren Neubildung vermieden wird, ist es möglich, die durch dieses Verfahren hergestellten farbig beschichteten Pulver für einen besonders weiten Anwendungsbereich einsetzen zu können.

[0042] Wie bereits beschrieben, eignen sich die durch dieses Verfahren hergestellten farbig beschichteten Pulver insbesondere für Anwendungen in organischer Matrix (z. B. Epoxidharz) oder anorganischer Matrix (z. B. hydraulische/zementöse Systeme) zur Beschichtung von z. B. Fußboden- oder Wandflächen im Innen- und/oder Außenbereich, bei denen eine besonders deckende und gleichmäßige Färbung der einzelnen Granulartikel gewünscht. Außerdem können diese farbigen Granulate in polymeren Werkstoffen, z. B. für die Herstellung von z. B. acrylat- oder polyestergebundenen Küchenspülen oder Waschbecken eingesetzt werden. Da diese Objekte sehr hochpreisig sind und sie ständig in der häuslichen Umgebung (teilweise als Möbelstücke) verwendet werden, werden hier besonders hohe Anforderungen an eine ansprechende, homogene und dauerhafte Optik gestellt. Die nach dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellten farbigen Pulver können in Bezug auf die Färbung diesen hohen Anforderungen genügen und eignen sich daher besonders für derartige Anwendungen.

Beispiele

[0043] Anhand der nachfolgenden Beispiele werden das Verfahren, das Produkt und die Anwendung näher erläutert.

[0044] Die mit den Herstellungsverfahren nach dem Stand der Technik verbundenen Probleme, werden durch die folgenden Negativbeispiele deutlich.

Negativbeispiel 1:

Herstellung von gefärbtem Quarzmehl 16.900 (0–40 µm, $d_{50} = 14 \mu\text{m}$).

[0045] In einem Kenwoodmischer werden 1,5 kg Quarzmehl Dorsilit 16.900 eingewogen. Dazu werden 100 g Braunpigment gegeben. Anschließend wird eine Minute lang vorgemischt. Danach werden 3 Ma-% organisches Bindemittel zugegeben (Polyurethan). Die Komponenten werden bei erhöhter Drehzahl gemischt und zum Nachreagieren in den Trockenschrank gegeben. Die anschließende Siebanalyse zeigt, dass sich in erheblichem Maß Agglomerate, vorwiegend aus Bindemittel und Pigment gebildet haben, der Anteil an Agglomeraten > 5 mm beträgt sogar > 10 Ma-%. In dieser Form ist das Produkt nicht verwendbar.

Negativbeispiel 2:

[0046] In einem weiteren Versuch wurden einige Änderung der verfahrenstechnischen Vorgehensweise vorgenommen. Die Variationen bezogen sich auf die Verlängerung der Mischzeit, Wahl anderer Bindemittel, andere Verfahrensparameter, sowie andere Träger, z. B. Quarzmehl Dorsilit 6.400 (0–71 µm $d_{50} = 22 \mu\text{m}$).

Prinzipielle Vorgehensweise

[0047] Jeweils 1,5 kg Quarzmehl Dorsilit 6.400 und die jeweilige Pigmentmenge werden in den Kenwoodmischer eingewogen. Beim Pigment werden ab Versuch Nr. 2 jeweils 2,0 Ma-% Metalloxyd eingesetzt. Die Vormischzeit wird von einer auf drei Minuten erhöht. Nach Zugabe des jeweiligen Bindemittels wird 5 Minuten lang gemischt und anschließend an der Luft getrocknet oder in einem Muffelofen bei erhöhter Temperatur nachbehandelt.

Versuch 2.1

Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 0,5 Ma-% organischem Rotpigment und 3,0 Ma-% Acrylatbindemittel:

[0048] Der Siebrückstand bei 0,63 mm liegt bei etwa 20 Ma-%. Das Produkt ist homogen durchgefärbt. Unter dem Mikroskop erkennt man eine Vielzahl kleiner Pigmentagglomerate. In einer 50%igen Suspension in Wasser ist nicht gebundenes Pigment deutlich visuell erkennbar.

Versuch 2.2

Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 3,0 Ma-% Polyurethanharz:

[0049] Der Siebrückstand bei 0,63 mm beträgt 18,9 Ma-%. Sehr homogene Einfärbung, unter dem REM sind Pigmentagglomerate erkennbar. In der Suspension in Wasser sind Pigmentanteile sichtbar, aber deutlich weniger als bei V 1.

Versuch 2.3

Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 5,0 Ma-% Polyurethanharz:

[0050] Der Siebrückstand bei 0,63 mm beträgt 23,1 Ma-%. Sehr homogene Einfärbung, unter dem REM sind Pigmentagglomerate erkennbar. In der 50%-Suspension in Aceton (Rührzeit 1 min) sind nach dem Absetzen in der überstehenden Lösung kaum Pigmentspuren sichtbar.

Versuch 2.4

Quarzmehl Dorsilit 6.400 (vorgewärmt auf 40°C) mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 5,0 Ma-% Polyurethanharz:

[0051] Der Siebrückstand bei 0,63 mm beträgt 19,8 Ma-%. Sehr homogene Einfärbung, dahingehend bestes Ergebnis. Unter dem REM sind Pigmentagglomerate erkennbar.

Versuch 2.5

Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 5,0 Ma-% Wasser und 5,0 Ma-% Acrylatbindemittel:

[0052] Hierbei wird nach 3 min Trockenrührzeit das Wasser zugegeben, 1 min weitergerührt, anschließend das Bindemittel zugesetzt und 5 min fertiggerührt. Das Produkt zeigt eine homogene, aber blässere Einfärbung. Siebrückstand bei 0,63 mm: 18,4 Ma-%.

Versuch 2.6

[0053] Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 8,0 Ma-% einer 50/50-Mischung Acrylatbindemittel und Wasser. Hierbei wird nach 3 min Trockenrührzeit die Emulsion unter Rühren eingedüst und 5 min fertiggerührt: homogene, aber blässere Einfärbung. Deutlich weniger grobe Agglomerate, aber mehr feinere, teilweise auch Pigmentagglomerate. Siebrückstand bei 0,63 mm: 9,7 Ma-%.

Versuch 2.7

Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit 2,0 Ma-% Chromgrün und 5,0 Ma-% Natronwasserglas:

[0054] Der Siebrückstand bei 0,63 mm beträgt 28 Ma-%. Die Einfärbung ist hier weniger intensiv als bei den vorangegangenen Versuchen. Im REM sind Aggregate erkennbar.

[0055] Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass durch die Variation der Bindemittel und der verfahrenstechnischen Parameter eine Verbesserung erreicht werden konnte. Dennoch ist ein erhöhter Anteil an feinen (< 0,1 mm) als auch groben (> 0,63 mm) Agglomeraten vorhanden. Diese bestehen in der Regel aus nicht dispergiertem Pigment und Bindemittel, zudem können auch Trägerpartikel angelagert sein. In dieser Form können die Materialien nach dem Stand der Technik nicht verwendet werden.

[0056] Demgegenüber ist in den folgenden Positivbeispielen gezeigt, wie durch das zuvor beschriebene Verfahren bzw. dessen Varianten die Produktqualität signifikant verbessert werden kann.

Positivbeispiel 1:

Zusatz von grobkörnigem Dorsilit Nr. 3 (2,0–3,5 mm, $d_{50} = 2,8$ mm) als Scheradditiv

[0057] Dorsilit Nr. 3 mit einer Korngröße von 2,0–3,5 mm soll die innere Scherung bei der Mischung der Quarzmehl-, Pigment-, und Bindemittel-Komponenten deutlich erhöhen und dabei zu einer besseren Dispergierung der Pigmente und einer anschließenden Beschichtung der Pulverträger beitragen.

[0058] 2,0 kg Quarzmehl Dorsilit 6.400 und 10 g (0,5%) organisches Rotpigment werden unter Zusatz von 1,0 kg Dorsilit Nr. 3 zwei Minuten lang im Kenwoodmischer vorgemischt. Danach ist das Quarzmehl visuell erkennbar homogen eingefärbt. Anschließend werden 100 g (5,0 Ma-%) Polyurethanharz/-härter Gemisch zugegeben und fünf Minuten lang eingemischt. Dabei ist erkennbar, dass die Sandkörner Dorsilit Nr. 3 sich homogen verteilt durch das Quarzmehl bewegen. Es entstehen keine großen Verklumpungen, das Quarzmehl erscheint in einem kräftigen Rosa.

[0059] Nach Ende der Mischzeit wird 15 min im Umluftofen bei knapp 100°C getrocknet. Anschließend wird abgesiebt, wobei deutlich wird, dass sich erheblich weniger Agglomerate gebildet haben als bei den früheren Versuchen. Der ausgesiebte Dorsilit Nr. 3 war nur wenig mit Pigment und Bindemittel behaftet, mit Quarzmehl fast gar nicht. Der ausgesiebte Dorsilit Nr. 3 kann der nächsten Charge wieder als Scheradditiv zugegeben werden. Das farbige Pulverprodukt wurde in drei Stufen abgesiebt (1,0 mm, 0,5 mm, 0,315 mm), dabei musste allerdings (erwartungsgemäß) festgestellt werden, dass das extrem feine Farbpigment nicht vollständig an das Quarzmehl gebunden ist.

[0060] Durch den Zusatz des grobkörnigen Scherhilfsmittels konnte die Menge an Agglomeraten deutlich reduziert werden.

Positivbeispiel 2:

Verwendung von grobkörnigen Dorsilit Nr. 3 mit Dolomitmehl (100 Ma-% < 0,1 mm) als Träger

[0061] Dazu werden 2,00 kg Dolomitmehl, 1,00 kg Dorsilit Nr. 3 und 0,2 Ma-% (4,0 g) organisches Rotpigment im Kenwoodmischer eine Minute lang vorgemischt. Anschließend werden 200 g (10,0 Ma-%) Polyurethanharz zugegeben und kräftig fünf Minuten lang eingemischt. Der Ansatz zeigt eine kräftige Einfärbung. Es bilden sich Klumpen beim Nachrocknen, die jedoch leicht wieder zu lösen sind. Beim Sieben werden aber doch einige Agglomerate im mm-Bereich festgestellt. Dennoch kann das Material gut bei 0,5 mm abgesiebt werden. Auch die folgende Feinsiebung bei 0,315 mm gelingt gut. Die Pigmenthaftung ist bei diesem Versuch mit der hohen Bindemittelmenge besser als beim Quarzmehl Dorsilit 6.400 mit der halben Bindemittel-Menge.

Positivbeispiel 3:

Verwendung von grobkörnigen Dorsilit Nr. 3, mit Quarzmehl Dorsilit 6.400 und weiteren Pigmenten

a) 2,0 kg Quarzmehl Dorsilit 6.400 und 100 g (5,0 Ma-%) TiO₂-Pigment werden unter Zusatz von 1,0 kg Dorsilit Nr. 3 zwei Minuten lang im Kenwoodmischer vorgemischt. Anschließend werden 100 g (5,0 Ma-%) Polyurethangemisch zugegeben und fünf Minuten lang eingemischt. Dabei ist erkennbar, dass die Sandkörner Dorsilit Nr. 3 sich homogen verteilt durch das Quarzmehl bewegen. Es entstehen keine großen Verklumpungen. Nach Ende der Mischzeit wird 15 Minuten im Umluftofen bei etwas unter 100°C getrocknet. Anschließend wird in zwei Stufen (0,5 mm und 0,315 mm) abgesiebt. Der Anteil großer Agglomerate ist sehr niedrig, das Quarzmehl ist kräftig gefärbt.

b) 2,0 kg Quarzmehl Dorsilit 6.400 und 200 g (10,0 Ma-%) Eisenoxydpigment werden unter Zusatz von 1,0 kg Dorsilit Nr. 3 zwei Minuten lang im Kenwoodmischer vorgemischt. Anschließend werden 100 g (5,0 Ma-%) Polyurethan Gemisch (PU) zugegeben und fünf Minuten lang eingemischt. Es entstehen keine großen Verklumpungen. Nach Ende der Mischzeit wird 15 min im Umluftofen bei knapp 100°C getrocknet. Anschließend wird in zwei Stufen (0,5 mm und 0,315 mm) abgesiebt. Der Anteil großer Agglomerate ist sehr niedrig, das Quarzmehl ist kräftig gefärbt.

[0062] Es wurden verschiedene Versuche zur Beschichtung von Mineralpulvern durchgeführt und beschrieben. Begonnen wurde mit einer einfachen Mischung der Komponenten, wie dies im Stand der Technik bei der Herstellung gefärbter Granulate > 0,1 mm auch schon durchgeführt wird. Die einfache Mischung von Quarzmehl, Pigmenten und Bindemittel führt dabei zu Produkten, die zu einem großen Teil nicht pulverförmig sind, sondern im Gegenteil einen sehr großen Anteil großer Bindemittel-Pigment-Aggregate (bis > 5 mm) und parallel dazu auch feine, nicht dispergierte Pigmentagglomerate (< 0,1 mm) zeigen.

[0063] Mit der Zugabe grobkörniger Partikel (hier 2,0–3,5 mm, allgemein 1–20 mm) als Scheradditiv direkt bei der Mischung der Komponenten wurde bereits eine erste Möglichkeit gefunden, um den Anteil großer Bindemittel-Pigment-Aggregate erheblich zu reduzieren. Dies wird auf die deutliche Zunahme der inneren Scherung und die damit verbundene Pigmentdispersion durch die groben Körner zurückgeführt. Durch diese Maßnahme haben sich bereits verfahrensseitige und Produkt-Vorteile ergeben. In weniger anspruchsvollen Endanwendungen kann das daraus resultierende gefärbte Pulverprodukt bereits geeignet sein.

[0064] Wie aber die nachfolgenden REM-Aufnahmen zeigen ist es mit der zuletzt beschriebenen Vorgehensweise noch nicht optimal gelungen, die mikroskaligen Pigmentpartikel nahezu vollständig zu dispergieren und in die Einzelpartikel zu zerlegen, wodurch letztlich die optimale Farbwirkung erst zum Tragen kommt und es ist auch noch nicht optimal gelungen, die (vereinzelt) Pigmentpartikel mittels Bindemittel auf den Trägermaterialien zu binden. Dies wäre letztlich das Ziel, um besondere anwendungstechnische Vorteile und Produkteigenschaften zu erzielen.

genschaften beim Endkunden und dessen Produkten zu erreichen, welche in unmittelbarem Zusammenhang mit einer guten Haftung der Pigmentpartikel auf dem Trägermaterial stehen. Die **Fig. 1–Fig. 4** zeigen REM-Aufnahmen der erhaltenen Pulver. Dabei zeigen

[0065] **Fig. 1** und **Fig. 2** REM-Aufnahmen von beschichtetem Dolomitpulver (unter Zugabe grobkörniger Scheradditive),

[0066] **Fig. 3** und **Fig. 4** REM-Aufnahmen von beschichtetem Quarzpulver (unter Zugabe grobkörniger Scheradditive).

[0067] Zu erkennen sind in **Fig. 1** Pigmentaggregate bis $> 100 \mu\text{m}$. In **Fig. 2** sind ebenfalls Pigmentaggregate sichtbar. In **Fig. 2** auf der linken Seite ist ein Dolomitpartikel erkennbar, der nicht beschichtet ist.

[0068] In **Fig. 3** sind vergleichsweise große Pigmentaggregate zu erkennen (bis $> 100 \mu\text{m}$). Daneben viele Quarzpartikel, die gering oder gar nicht beschichtet sind. In **Fig. 4** sind die gleichen Erscheinungen in einer andere Vergrößerung noch deutlicher erkennbar: ein großes Pigmentaggregat, daneben Quarzpartikel, die gering oder gar nicht beschichtet sind.

[0069] Wie oben beschrieben können die mittels Scheradditiven hergestellten Produkte in der gegebenen Form für verschiedene technisch weniger anspruchsvolle Einsatzzwecke bereits geeignet sein. Aber insbesondere für Anwendungen, bei denen eine hohe Farbkraft und eine gute Haftung der Pigmente auf dem Trägermaterial notwendig sind, wird die Qualität als noch nicht ausreichend bewertet. Es ist also eine weitere Optimierung notwendig

Produkt- und Verfahrensoptimierung durch Verwendung anderer Mischsysteme

[0070] Einige verschiedene Feststoffmischsysteme und deren Kennzahlen sind beispielhaft in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

Bewegungscharakteristik	Mischertypen	Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega R/g$	Spez. Leistung (P_v)/kW/m ³
Bewegte Behälter und Schwerkraft	z. B. Rotierende Rohre	< 1	1–2
Bewegte Mischwerkzeuge und Schubkräfte	z. B. Rotierende Rohre mit Einbauten	< 1	3–10
Bewegte Mischwerkzeuge und Schub- sowie Zentrifugalkräfte	z. B. Labormischer T Typ M5G, Fa. Lödige	> 1	20
Bewegte Behälter und/oder Mischwerkzeuge und Schub- sowie Zentrifugalkräfte	z. B. Labormischer Typ Nobilta, Fa. Hosokawa Alpine	$\gg 1$	300–1100 (Hochintensivmischer)

Fr_w = Werkzeug-Froude-Zahl, ω Kreisfrequenz, R = Außenradius Mischerwerkzeug, g = Gravitationsbeschleunigung, P_v = spezifische Leistung in kW/m³

[0071] Eine bessere Dispergierung der Pigmentpartikel und die Beschichtung von Trägermaterialien mit diesen soll jetzt durch einen höheren Energieeintrag beim Mischen realisiert werden. Dazu wird ein Labormischer M5G Fa. Lödige und ein Labormischer Nobilta, Fa. Hosokawa Alpine eingesetzt.

Prinzipielle Vorgehensweise

[0072] Die verwendeten Einsatzmaterialien für die beispielhaft dargestellten nachfolgend beschriebenen Versuche sind in Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2.

Optionen Träger (Guest)	Korngrößenbereich, μm	BET, m^2/g	D_{50} , μm
Quarzmehl Dorsilit 2.500	0–100	0,61	42
Quarzmehl Dorsilit 6.400	0–71	0,89	22

Optionen Pigmente (Host)	Typ	Anmerkungen	D_{50} , μm
Huntsman Tioxide R-XL	TiO_2	Rutil, beschichtet	0,28
Colorana Black CM-4	Fe_3O_4	Polygonal	0,35
Bindemittel (Bindemittel)	Art	Bemerkung	Mischung
Harz	Altropolharz PN 1448	vorbeschleunigt	1 Teil
Härter	Neukadur Härter ISO 1	-	1 Teil
Katalysator	UL 50	In Harz eingemischt	0,2% auf 1 + 1 Teile

[0073] Die Versuche werden im Wesentlichen nach folgender Vorgehensweise durchgeführt:

- Vorlegen des Mineralpulvers (Guest) und des Pigmentes (Host) in einem ersten Mischgefäß
- Vormischen von Guest und Host mit Flügelrührer oder Spatel (wenige Sekunden)
- Zugabe einer voreingestellten Bindemittelmischung, z. B. 2 Komponenten Polyurethan (2KPU)
- Weiteres Vormischen von Guest, Host und Bindemittel mit Flügelrührer/Spatel (wenige Sekunden)
- Überführen der Gesamtmischung in den jeweiligen Mischer
- Mischen der Gesamtmischung (Host, Guest sowie Bindemittel) im jeweiligen Mischer über einen bestimmten Zeitraum
- Danach ggf. ausreagieren der Mischung außerhalb des Hochleistungsmischers, ggf. bei erhöhter Temperatur.

Haftungsprüfung

[0074] Die Prüfung der Qualität der ausreagierten Beschichtung hinsichtlich Haftung mittels Schnelltest erfolgt beispielsweise durch suspendieren des beschichteten Pulvers in tensidhaltigem Wasser. Unter der Annahme, dass eine gute Haftung dadurch zum Ausdruck kommt, dass das Pigment zusammen mit den schwereren Träger schnell absinkt, sollte eine vergleichsweise schnell eintretende Klarphase über der sedimentierten Pulvermischung zu erkennen sein. Als Vergleichsprobe dient dabei eine Träger/Pigmentmischung ohne Bindemittel.

Pigmentverteilungsprüfung

[0075] Zur Prüfung der Qualität der Beschichtung hinsichtlich Verteilung des Pigmentes auf dem Träger bzw. Dispergierung des Pigmentes bzw. unerwünschter Klumpenbildung von Pigmentpartikeln werden von ausgewählten Produkten (wenn gute Haftungsprüfung) REM-Aufnahmen erstellt.

Versuchsdurchführung

Positivbeispiel 1:

[0076] Es wurde der Versuch unter Verwendung eines Hochintensivmischers, Quarzmehl Dorsilit 6.400 und Weißpigment durchgeführt.

[0077] Eine Auflistung einiger Versuche mit Quarzmehl Dorsilit 6.400 ist in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3.

Guest**	%-WT Guest	g-WT Guest, g	Host, g	Bindemittel	Bindemittel, g	t, sec***	g TiO ₂ /g Bindemittel	Haftungsprüfung	REM
RXL**	5	20	380	0	0	30	-	6	
RXL**	5	20	380	0	0	60	-	6	
RXL**	5	20	380	0	0	120	-	6	
RXL**	5	20	380	2	8	30	2,5	3	
RXL**	5	20	380	2	8	60	2,5	3	
RXL**	5	20	380	2	8	120	2,5	3	Fig. 5
RXL**	5	20	380	3	12	30	1,7	1-2	
RXL**	5	20	380	3	12	60	1,7	1-2	Fig. 6
RXL**	5	20	380	3	12	120	1,7	1-2	
RXL**	10	40	360	2	8	30	5	4	
RXL**	10	40	360	2	8	60	5	4	
RXL**	10	40	360	2	8	120	5	4	Fig. 7
RXL**	10	40	360	3	12	30	3,3	3-4	
RXL**	10	40	360	3	12	60	3,3	3-4	
RXL**	10	40	360	3	12	120	3,3	3-4	
RXL**	10	40	360	4	16	30	2,5	3	Fig. 8
RXL**	10	40	360	4	16	60	2,5	3	
RXL**	10	40	360	4	16	120	2,5	3	

**) Weißpigment Huntsman RXL

***) Mischzeiten: Mischung mit Bindemittel in Nobilta

Haftungsprüfung: Bewertung nach Schulnotensystem 1: beste, 6: schlechteste Bewertung

Qualitätsprüfung

Haftungsprüfung

[0078] In einem ersten Schnelltest werden die Produkte z. B. in einem Reagenzglas mit tensidhaltigem Wasser aufgerührt und dann stehengelassen: Pigmentüberstand deutet auf eine schlechte Haftung bzw. zu wenig Bindemittel. Eine sich schnell absetzende Probe deutet auf gute Haftung und Sedimentation zusammen mit den schwereren Quarzmehl-Partikeln hin. Es kann aber auch sein, dass die Pigmentpartikel sich zu großen Aggregaten zusammengelagert haben und in dieser Form ebenfalls schnell sedimentieren. Auskunft darüber geben die REM-Aufnahmen.

[0079] Bei den jeweiligen Versuchsserien wurde festgestellt, dass bei steigender Pigmentmenge im Verhältnis zu der eingesetzten Bindemittelmenge die Haftung abnimmt. Insgesamt kann die Haftung, besonders ab einem Pigment/Bindemittel-Verhältnis von < 4 bei den hier durchgeführten Versuchen als technisch akzeptabel betrachtet werden.

REM-Untersuchung

[0080] Von ausgewählten Mustern werden REM erstellt. Alle Proben werden als Nasspräparat untersucht. Dazu werden die Pulver in Alkohol mittels Ultraschall dispergiert und anschließend auf einen Träger gebracht. Ziel der entsprechenden REM-Aufnahmen ist der Nachweis, ob und wie die Pigmentpartikel auf der Träger-Oberfläche haften oder neben den Trägern liegen bzw. wie gut diese dispergiert sind.

[0081] Durch die spezielle Art der REM-Probenvorbereitung wird sichergestellt, dass nicht gebundene und somit locker anhaftende Pigmentpartikel und/oder Aggregate von den Trägerpartikeln abgelöst werden. Eine Verfälschung der Bewertung von Produkteigenschaften bzw. der -qualität und/oder eine daraus resultierende Fehlinterpretation soll dadurch möglichst ausgeschlossen werden.

Ergebnis REM, Stichproben

[0082] Die Pigmentdispergierung ist insgesamt sehr gut, die Haftung ist ebenfalls sehr gut, es ist annähernd keine Agglomeration von Pigment und/oder Harz gegeben. Weiterhin erfolgt keine Agglomeration der Trägerpartikel miteinander. Beispiele von REM-Aufnahmen sind in den **Fig. 5–Fig. 8** gezeigt.

[0083] **Fig. 5:** Pigmentdispergierung ist sehr gut, Haftung ist sehr gut, Trägeragglomeration ist kaum gegeben;

[0084] **Fig. 6:** Die Pigmentdispergierung und die Haftung sind aus den vorhandenen Bildern nur bedingt zu interpretieren, Trägeragglomeration scheint gegeben zu sein;

[0085] **Fig. 7:** Pigmentdispergierung ist sehr gut, Haftung ist sehr gut, Trägeragglomeration ist kaum gegeben;

[0086] **Fig. 8:** Pigmentdispergierung ist sehr gut, Haftung ist sehr gut, Trägeragglomeration ist kaum gegeben.

Positivbeispiel 2:

[0087] Es wurde eine weitere Versuchsreihe unter Verwendung eines Hochintensivmischers, Quarzmehl und Schwarzpigment durchgeführt. Zusätzlich erfolgte auch eine Variation der Bindemittelmenge sowie der Trägerkorngröße.

[0088] Die Ergebnisse der Versuche mit Quarzmehl Dorsilit 6.400 und Quarzmehl Dorsilit 2.500 unter Verwendung von Colorana Schwarz CM-4 als Guest (Farbpigment) sind in Tabelle 4 dargestellt.

Tabelle 4.

Gues t**	%-WT Guest	g-WT Guest	Host, g	Host	Binde- mittel	Binde- mittel g	t, sec***	gCM- 4/g Bin demit- tel	Haft tung	REM
CM-4	5	20	380	6.400	3	12	30	1,7	1	Fig. 9
CM-4	5	20	380	6.400	3	12	60	1,7	2	Fig. 10
CM-4	10	40	360	6.400	3	12	30	3,3	2	Fig. 11
CM-4	10	40	360	6.400	3	12	60	3,3	2	Fig. 12
CM-4	5	25	500	2.500	2,5	12,5	60	2,0	2	Fig. 13
CM-4	5	25	500	2.500	5,0	25	60	1,0	1	Fig. 14
CM-4	5	25	500	2.500	7,5	37,5	60	0,7	1	Fig. 15

***) Schwarzpigment Colorana Schwarz CM-4

***) Mischzeiten: Mischung mit Bindemittel in Nobilta

Haftungsprüfung: Bewertung nach Schulnotensystem 1: beste, 6: schlechteste Bewertung

Qualitätsprüfung

Haftungsprüfung:

[0089] Bei den jeweiligen Versuchsserien wurde festgestellt, dass bei steigender Pigmentmenge im Verhältnis zu der eingesetzten Bindemittelmenge die Haftung abnimmt. Insgesamt kann die Haftung als gut betrachtet werden.

Ergebnis REM:

[0090] Für alle Fig. 9–Fig. 15 wurde eine gute bis sehr gute Pigmentdispergierung festgestellt und auch die Haftung ist gut bis sehr gut.

[0091] Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Pigmentdispergierung insgesamt sehr gut und die Haftung ist ebenfalls sehr gut ist. Es ist nahezu keine Agglomeration von Pigment und/oder Harz gegeben. Ebenso erfolgt keine eine Agglomeration der Trägerpartikel miteinander.

Negativbeispiel 1:

[0092] Es wurde eine Versuchsreihe unter Verwendung eines Intensivmischers, Quarzmehl und Schwarzpigment durchgeführt. Bei dem verwendeten Mischer handelt es sich im Gegensatz zu den vorherigen Versuchen um einen Lödige Mischer, Typ M5G. REI. Als Bindemittel und Schwarzpigment wurden wie zuvor vorgemischtes Polyurethanharz und Colorana CM-4 verwendet. Als Träger diente Quarzmehl Dorsilit 6.400.

[0093] Zur Durchführung des Versuches wurden in einem Vormischgefäß Quarzmehl Dorsilit 6.400 und Pigment mit einem kleinen Flügelrührer homogen vermischt. In einem weiteren Vormischgefäß wurde die Polyurethanmischung hergestellt. Eine entsprechende Menge der Polyurethanmischung ist dann der Quarzmehl-Pigmentmischung zugegeben und wiederum vermischt worden bevor diese Mischung schließlich in den Lödigemischer überführt und dort über einen bestimmten Zeitraum gemischt wurde. Danach wurde das Produkt in einer Schüttung zum Ausreagieren über Nacht stehen gelassen. Die ausgehärteten Mischungen 1 – 6 wurden mittels REM untersucht. Dokumentiert sind hier die REM der Muster 5 + 6.

[0094] Die für diese Versuche verwendeten Mischungen sind in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5.

Nr.	1	2	3	4	5	6
Quarzmehl 6400, %	95	95	90	90	95	95
Quarzmehl, g	475	475	450	450	475	475
Pigment, %	5	5	10	10	5	5
Pigment, g	25	25	50	50	25	25
Bindemittel bez. auf Summe, %	3	3	4	4	5	6
Bindemittel, g	15	15	20	20	25	30
Mischzeit, sec.	30	60	30	60	60	60
g CM-4 / g Bindemittel	1,7	1,7	2,5	2,5	1	0,8
Haftung	2–3	2–3	2–3	2–3	1–2	1
REM					Fig. 16–19	Fig. 20–23

Haftungsprüfung: Bewertung nach Schulnotensystem, 1: beste, 6: schlechteste Bewertung

Qualitätsprüfung

Haftungsprüfung:

[0095] Es wurde bei den Tests eine überstehende Klarphase festgestellt. Dies wird aber nicht auf eine entsprechende gute Haftung des Pigmentes auf dem Träger zurückgeführt, sondern im Gegenteil auf eine schlechte Dispergierung des Pigmentes und die Ausbildung von Mikroagglomeraten von Pigment und Bindemittel, die dann aufgrund der Größe ebenfalls sehr schnell absinken und zu der festgestellten Klarphase führen. Belegt wird die schlechte Pigmentdispergierung auch durch die Produktfarbe, diese ist dunkelgrau statt wie im Positivbeispiel zuvor tiefschwarz. Die volle Farbwirkung des Pigments kommt also aufgrund der schlechten Disper-

gierung nicht zum Tragen. Dies ist besonders dann der Fall, wenn der Bindemittelanteil steigt, wodurch auch die Bindemittel-Pigment-Agglomeratbildung entsprechend zunimmt. Belegt wird dies auch durch die nachfolgenden REM-Aufnahmen.

REM

[0096] In den REM der Produkte Nr. 5 (**Fig. 16–Fig. 19**) und 6 (**Fig. 20–Fig. 23**) ist deutlich zu erkennen, dass vergleichsweise große, nicht dispergierte Pigment- und/oder Pigment-Bindemittelagglomerate enthalten sind und daneben unbeschichtete Trägerpartikel.

[0097] Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der Energieeintrag des eingesetzten Mischers (Lödlige M5G) nicht für die Dispergierung der Pigmente und anschließende Beschichtung dieser auf den Trägermaterialien ausreicht. Die Verwendung dieses Mischers führt nicht zu den Ergebnissen wie in den vorangegangenen Positivbeispielen beschrieben.

Positivbeispiel 3:

[0098] Es wurde eine weitere Versuchsreihe unter Verwendung eines Hochintensivmischers, Quarzmehl und Schwarzpigment durchgeführt. Hierbei erfolgte eine weitere Variation der Bindemittelmenge. Außerdem wurden die eingesetzten Substanzmengen erhöht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 dargestellt.

[0099] Als Materialien wurden eingesetzt:

Quarzmehl (Host):	Dorsilit 6.400
Pigment (Guest):	PK 3095
Bindemittel (Bindemittel) 1 (2KPU):	Neukadur Katalysator UL 50 Neukadur PN 1448-30 Neukadur Härter ISO 1/ST Schmelzpunkt Wachs ca. 70–80°C
Hochintensivmischer:	Nobilta 300, 3,0 L

[0100] In Tabelle 7 sind die Ergebnisse einer Untersuchung der Korngrößenverteilung mittels Sedimentation (Sedigraph) gezeigt.

Tabelle 6

Nr.	Bindemittel	Pigment	Zeit**	Quarzmehl	Pigment	Bindemittel	Haftungsprüfung*
	%TS	%TS	s	Kg	g	g	
7/1	4	2,5	180	3,9	100	160	2
8	4	5,0	180	3,9	200	160	2
9	4	7,5	180	3,9	300	160	2
10	6	2,5	180	3,9	100	240	1
11	6	5,0	180	3,9	200	240	1
12	6	7,5	180	3,9	300	240	1

*) Haftungsprüfung: Bewertung nach Schulnotensystem, 1: beste, 6: schlechteste Bewertung

***) Mischzeit im Mischer

Tabelle 7

µm	Quarzmehl 6.400*	7/1	8	9	10	11	12
	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%
> 90	0	10,8	10,0	9,6	29,2	33,6	25,2
63–90	3	10,4	9,6	9,2	17,2	18,4	17,2
40–63	24	23,6	24,0	24,4	33,2	26,4	28,8
< 40	70	55,2	56,4	56,8	20,4	21,6	28,8

*) Nullprobe

Qualitätsprüfung

Haftungsprüfung:

[0101] Die Ergebnisse der Haftungsprüfung sind besonders Anschaulich in den **Fig. 24** und **Fig. 25** dargestellt. Dabei zeigen:

[0102] **Fig. 24:** Links: Quarzmehl und Pigment, nur gemischt, Nullprobe
Mitte: Quarzmehl, Pigment und Bindemittel: Hergestellt nach den Stand der Technik
Rechts: Quarzmehl, Pigment und Bindemittel, erfindungsgemäß (Versuch 7/1);

[0103] **Fig. 25:** Links: Quarzmehl und Pigment, nur gemischt, Nullprobe
Mitte: Quarzmehl, Pigment und Bindemittel: Hergestellt nach den Stand der Technik
Rechts: Quarzmehl, Pigment und Bindemittel, erfindungsgemäß (Versuch 10).

[0104] **Fig. 24** zeigt das Absetzverhalten verschiedener Quarzmehl-Pigmentmischungen nach gleicher Standzeit (hier 20 min). Daraus geht hervor, dass die Quarzmehl-Pigmentmischung (**Fig. 24**, links) ohne Bindemittel erwartungsgemäß ein sehr schlechtes Absetzverhalten zeigt und die Mischung nach dem Stand der Technik (**Fig. 24** Mitte) eine geringe Verbesserung bringt. Das schnellste Absetzen und daher die beste Bindung zeigt die erfindungsgemäße Mischung (**Fig. 24**, rechts)

[0105] Zudem zeigt sich, dass die Mischung ohne Bindemittel (**Fig. 24** links) einen weißen Bodensatz bildet, welcher aus unbeschichteten Quarzmehl besteht. Die Mischung nach dem Stand der Technik (**Fig. 24** Mitte) zeigt im Bodensatz eine schwarze und eine weiße Zone, was auf die bekannt nachteilige und schlechte Beschichtung zurückzuführen ist: umgeschichtetes Quarzmehl neben beschichtetem Quarzmehl. Demgegenüber zeigt die erfindungsgemäße Mischung einen homogenen schwarzen Bodensatz.

[0106] Bei den jeweiligen Versuchsserien wurde festgestellt, dass bei den Versuchen mit höherer Bindemittel-Menge (10, 11, 12) eine bessere Haftung gegeben ist als bei niedrigerer Bindemittel-Menge (7/1, 8, 9) und dass eine eindeutige Verbesserung zum Stand der Technik gegeben ist.

Korngrößenverteilung:

[0107] Die höhere Bindemittelmenge bei den Versuchen 10, 11 und 12 wirkt sich geringfügig stärker kornvergrößernd aus als die niedrigere Bindemittelmenge.

Positivbeispiel 4:

[0108] Es wurde eine weitere Versuchsreihe unter Verwendung eines Hochintensivmischers, Quarzmehl und Schwarzpigment unter Variation der Bindemittelart durchgeführt. Die Ergebnisse der Haftungsprüfung sind in Tabelle 8 und die einer Untersuchung der Korngrößenverteilung mittels Sedimentation (Sedigraph) in Tabelle 9 dargestellt.

[0109] Als Materialien wurden verwendet:

Quarzmehl (Host): Dorsilit 6.400
 Pigment (Guest): PK 3095
 Bindemittel 2 (Wachs): Deurex MC 6015
 Schmelzpunkt Wachs ca. 70–80°
 Hochintensivmischer: Nobilta 130, 1,3 L

Tabelle 8

Nr.	Bindemittel	Pigment (Guest)	Zeit	Quarzmehl (Host)	Pigment	Bindemittel	Haftungsprüfung*
	%TS	%TS	s	g	g	g	
1	1	2,5	600	390	10	4	1
2	1	5,0	600	380	20	4	1
3	1	7,5	600	370	30	4	1
4	4	2,5	600	390	10	16	1
5	4	5,0	600	380	20	16	1
6	4	7,5	600	370	30	16	1

Tabelle 9

µm	Quarzmehl 6.400*	1	2	3	4	5	6
	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%	Ma-%
> 90	0	0,9	0,8	0,8	9,6	13,2	14,4
63–90	3	5,5	4,6	4,6	0,4	8,4	9,4
40–63	24	21,2	19,3	18,0	30,0	26,4	28,4
< 40	70	72,4	75,3	76,6	60,0	52,0	47,8

*) Nullprobe

Qualitätsprüfung

Korngrößenverteilung:

[0110] Die höhere Bindemittelmenge bei den Versuchen 4, 5 und 6 wirkt sich geringfügig kornvergrößernd aus. Die niedrigere Bindemittelmenge bei den Versuchen 1, 2 und 3 zeigt nahezu keinen Einfluss auf die Korngrößenverteilung bezogen auf die unbehandelte Nullprobe.

Ergebnis Haftungsprüfung:

[0111] Bei den jeweiligen Versuchsserien wurde festgestellt, dass bei den Versuchen mit höherer Bindemittel-Menge (4, 5, 6) eine bessere Haftung gegeben ist als bei niedrigerer Bindemittel-Menge (1, 2, 3) und dass in allen Fällen eine eindeutige Verbesserung zum Stand der Technik gegeben ist.

[0112] Es konnte gezeigt werden, dass mit geeigneter Mischtechnik in Verbindung mit optimierten Bindemittel- und Pigmentmengen sowie der Versuchsführung eine sehr gute Pigmentdispersion erreicht und parallel dazu auch eine sehr gute Verteilung und Anhaftung der Pigmentpartikel auf den Trägermaterialien mit einer Korngröße < 0,1 mm erreicht wird.

[0113] Neben den farbigen Pulvermaterialien, welche mittels eines Hochintensivmischers hergestellt werden, ist für technisch weniger anspruchsvolle Anwendung gegebenenfalls auch ein farbiges Pulvermaterial geeignet, welches unter Verwendung einfacher Mischer bei gleichzeitigem Zusatz eines grobkörnigen Scheradditi-

ves hergestellt wird. Dies hat den Vorteil, dass ein sehr einfaches und preiswertes Vorgehen zur Verfügung und ein entsprechendes Produkt bereit gestellt werden kann. Als Scheradditiv (Korngröße 1–20 mm) kann grobkörniger Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein oder sonstige geeignete Materialien und Formen eingesetzt werden.

[0114] Als Träger wurde in der Beschreibung größtenteils Quarzmehl verwendet. Nach dem beschriebenen Verfahren sind aber selbstverständlich auch andere pulverförmigen Trägermaterialien geeignet, das können Pulver z. B. auf Basis von natürlicher oder synthetischer Minerale wie z. B. Kalk, gefälltes CaCO_3 , Dolomit, Feldspat, Nephelin, Wollastonit oder Korund sein oder synthetische Pulver auf Basis von z. B. Glas, Polymeren (Thermoplaste, Duroplaste, Elastomere), sein. Die Trägermaterialien können darüber hinaus auch spezielle morphologische Eigenschaften haben und dadurch spezielle Vorteile ergeben, z. B. Fasern, Plättchen, Kugeln, Stäbchen. Die Korngröße der Träger ist in der Regel $< 0,1$ mm. Die Korngröße des beschichteten Produktes ist mindestens 50 Ma-% $< 0,1$ mm.

[0115] Als Bindemittel können anorganische oder organische Bindemittel oder Mischungen dieser eingesetzt werden. Weiterhin können diese reaktiv vernetzend sein oder physikalisch einen Film bilden, z. B. über eine Schmelze oder Lösemittelfernung oder Mischungen daraus. Beispiele sind Polyester, Polyurethane, Epoxid-, oder Acrylatharze, daneben Silikate, Phosphate, Silicone, oder Mischungen daraus.

[0116] Die verwendeten Pigmente können anorganisch oder organisch oder Mischungen dieser sein, wobei die Korngröße in der Regel $< 25 \mu\text{m}$ ist. Nanoskalige Partikel sind hier also mit enthalten. Es können auch Unterschiede in der Form gegeben sein, wie z. B. plättchen- oder faserförmige oder sphärische Partikel. Darüber hinaus kann das Pigment als Pulver, als Lösung, als Paste oder als Suspension zugegeben werden.

[0117] Die Beschichtung selbst wird bei Raumtemperatur durchgeführt. Die entstehende Reibungswärme unterstützt den Beschichtungsprozess. Zusätzlich kann optional Wärme zu- oder abgeführt werden. Weiterhin kann die Beschichtung optional mit einer bestimmten Gasatmosphäre oder mit Unter- oder Überdruck stattfinden.

[0118] Vorteile in der Herstellung sind vor allem durch die einfache Handhabung und die schnelle Reaktions- bzw. Zykluszeit gegeben. Es können jegliche Formen und Arten, z. B. feste, pulverförmige, hoch- und niedrigviskose, wässrige, anorganische, organische, stabilisierte usw. Submikro- oder Nanopartikel und -zubereitungen und Mischungen zur Beschichtung eingesetzt werden, in jeder Konzentration.

[0119] Die farbigen Pulvermaterialien finden Anwendung z. B. zur Wandbeschichtung, in Farben, zur Papier- oder Folienbeschichtung, in polymeren Systemen (Thermoplast, Duroplast, Elastomer), in hydraulischen Systemen, als Träger von reaktiven Materialien, in Lacken, in Systemen zur Fußbodenbeschichtung oder als Füllstoff.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers mit einer mittlere Korngrößen von $d_{50} < 0,1$ mm

dadurch gekennzeichnet, dass

- ein Trägermaterial in einem Intensivmischer unter Einwirkung sehr hoher Scherkräfte mit einem organischen oder anorganischen Bindemittel oder Mischungen dieser Bindemittel und einem Pigment beschichtet wird,
- wobei die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungs Vorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken
 - entweder durch die Verwendung eines Hochintensivmischers, der eine Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega^2 R/g \gg 1$ und eine spez. Leistung von $P_v = 300\text{--}1100 \text{ kW/m}^3$ aufweist,
 - oder durch einen Zusatz eines Scheradditiv, welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein umfasst, zu der Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment bei Verwendung eines Standardmischers, erreicht werden
- und die sehr hohen Scherkräfte dazu geeignet sind, Pigmentaggregate zu zerstören und weitgehend in Pigmentpartikel zu überführen und somit eine homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln zu ermöglichen.

2. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Trägermaterial ausgewählt wird aus einer Gruppe, welche Quarzmehl, natürliche oder synthetische Minerale wie z. B. Kalk, gefälltes CaCO_3 , Dolomit, Feldspat, Nephelin, Wol-

lastonit oder Korund oder synthetische Pulver auf Basis von z. B. Glas, Polymeren, wie Thermoplasten, Duroplasten, Elastomeren, umfasst.

3. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass Trägermaterial ausgewählt wird, welches zumindest zu einem Großteil in Form von Fasern, Plättchen, Kugeln, oder Stäbchen vorliegt.

4. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass Trägermaterial ausgewählt wird, welches zu weniger als 50 Ma-% aus Partikeln besteht, welche eine Korngröße von $> 0,1$ mm aufweisen.

5. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Bindemittel ausgewählt wird aus einer Gruppe, welche Polyester, Polyurethane, Epoxid-, oder Acrylatharze, Silikate, Phosphate, Silicone oder Mischungen daraus umfasst.

6. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass Pigmente ausgewählt werden, welche als anorganische oder organische Pigmente oder Mischungen dieser mit einer Korngröße der Pigmente von $d_{50} < 25 \mu\text{m}$ verwendet werden, welche z. B. plättchen-, faserförmig oder sphärisch ausgebildet sind.

7. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Pigmente als Pulver, als Lösung, als Paste, als Suspension oder Mischungen davon eingesetzt werden, wobei diese insbesondere wässrig, anorganisch, organisch und/oder stabilisiert vorliegen.

8. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Herstellung des farbig beschichteten Pulvers, die durch Mischen, Scherung und der Reibung zwischen einzelnen Partikeln entstehende Reibungswärme, zur Bindung der Pigmentpartikel auf das Trägermaterial ausgenutzt wird, wobei zusätzlich Wärme zu- oder abgeführt werden kann.

9. Verfahren zur Herstellung eines farbig beschichteten Pulvers nach einem der vorangegangenen Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Herstellung des farbig beschichteten Pulvers unter Beaufschlagung mit sauerstofffreiem Inertgas oder unter einer Atmosphäre, die Gase enthält, die für die Aushärtung des Bindemittels notwendig sind oder diese beschleunigen, bei Normal-, Unter- oder Überdruck erfolgt.

10. Farbig beschichtetes Pulver mit mittleren Korngrößen von $d_{50} < 0,1$ mm, dadurch hergestellt, dass ein Trägermaterial in einem Intensivmischer unter Einwirkung sehr hoher Scherkräfte mit einem organischen oder anorganischen Bindemittel oder Mischungen dieser Bindemittel und einem Pigment beschichtet wird,
– wobei die sehr hohen Scherkräfte, die während des Beschichtungsvorgangs auf das Trägermaterial, das Bindemittel und das Pigment wirken

- entweder durch die Verwendung eines Hochintensivmischers, der eine Werkzeug-Froude-Zahl $Fr_w = \omega^2 R/g \gg 1$ und eine spez. Leistung von $P_v = 300\text{--}1100 \text{ kW/m}^3$ aufweist

- oder durch einen Zusatz eines Scheradditivs, welches aus einer Gruppe ausgewählt ist, welche grobkörnigen Quarzsand, Glaskugeln, Al_2O_3 -Kugeln, Metallkugeln, Flintstein umfasst, zu der Mischung aus Trägermaterial Bindemittel und Pigment bei Verwendung eines Standardmischers, erreicht werden

– und die sehr hohen Scherkräfte dazu geeignet sind, Pigmentaggregate zu zerstören und weitgehend in Pigmentpartikel zu überführen und somit eine homogene Beschichtung des Trägermaterials mit Pigmentpartikeln zu ermöglichen.

11. Verwendung des nach einem der Ansprüche 1–9 hergestellten farbig beschichteten Pulvers zur Wandbeschichtung, in Farben, zur Papier- oder Folienbeschichtung, in polymeren Systemen, wie Thermoplast, Duroplast, Elastomer, in hydraulischen Systemen, als Träger von reaktiven Materialien, in Lacken, in Systemen zur Fußbodenbeschichtung oder als Füllstoff.

Es folgen 5 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

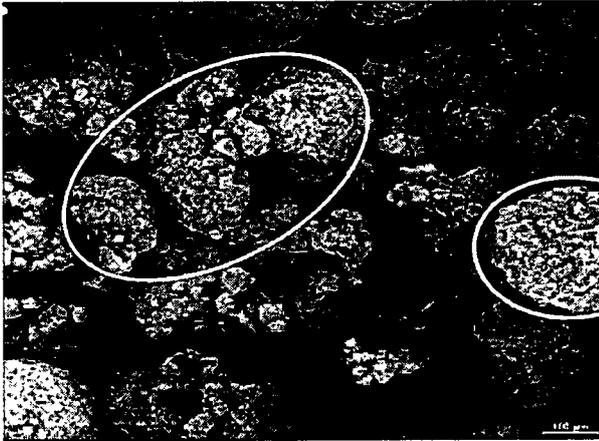


Fig. 1

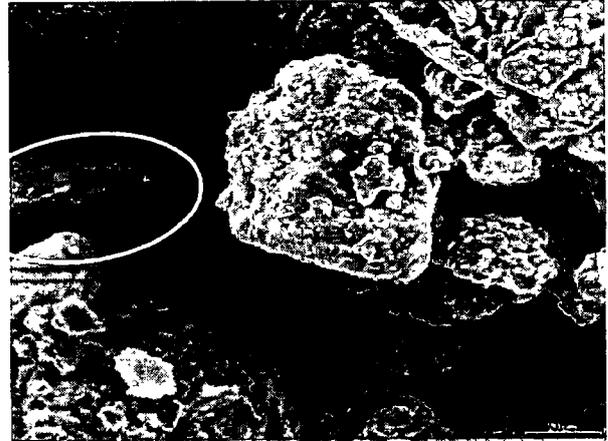


Fig. 2

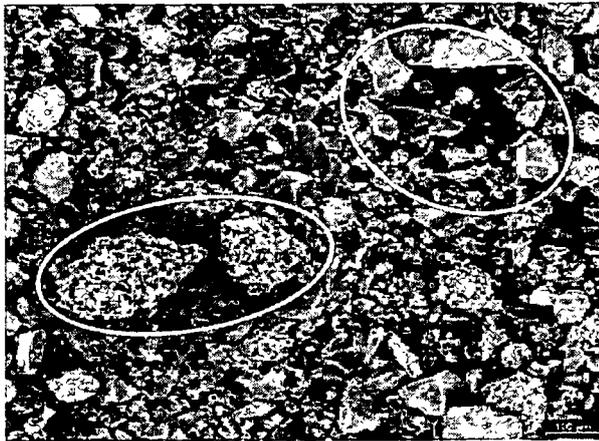


Fig. 3

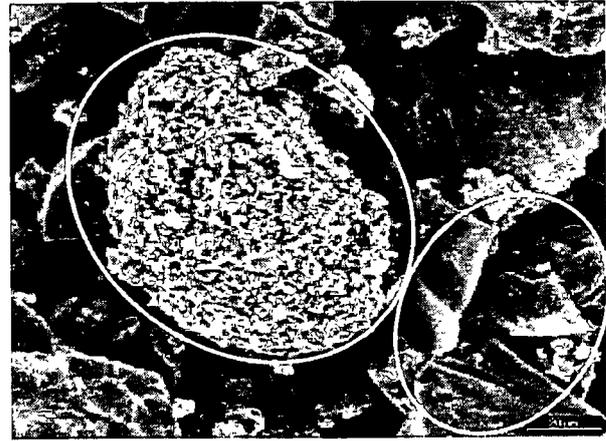


Fig. 4



Fig. 5

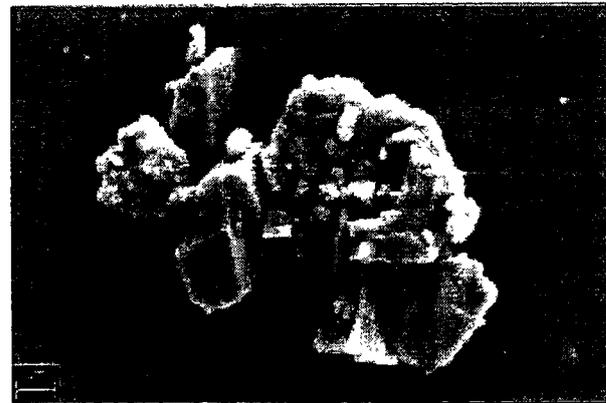


Fig. 6



Fig. 7



Fig. 8

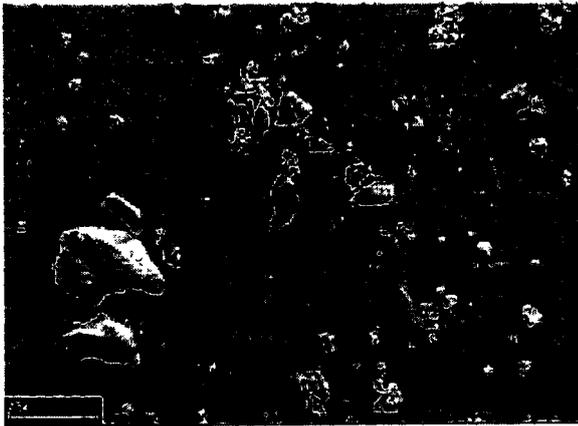


Fig. 9



Fig. 10



Fig. 11



Fig. 12

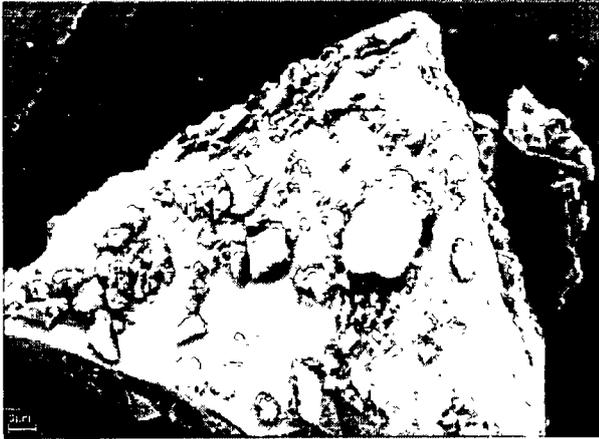


Fig. 13



Fig. 14



Fig. 15



Fig. 16

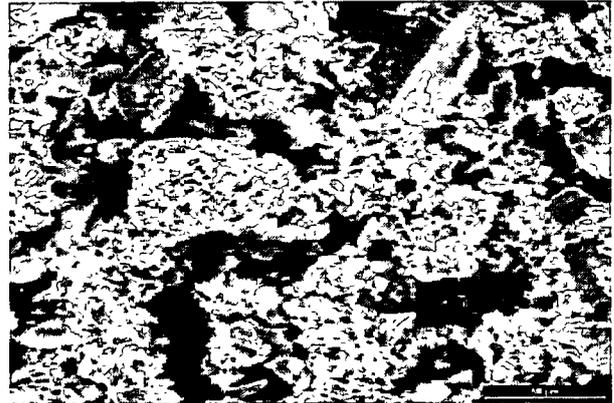


Fig. 17



Fig. 18

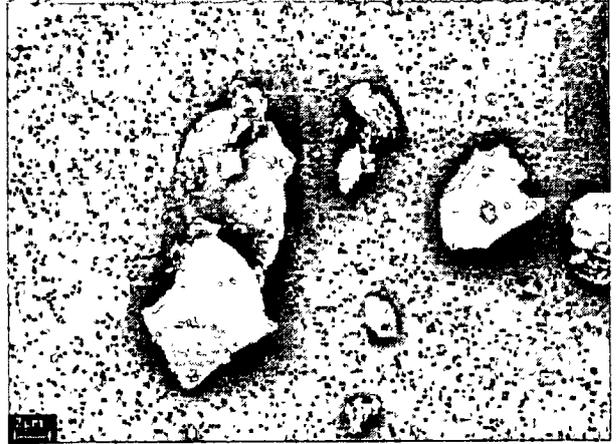


Fig. 19

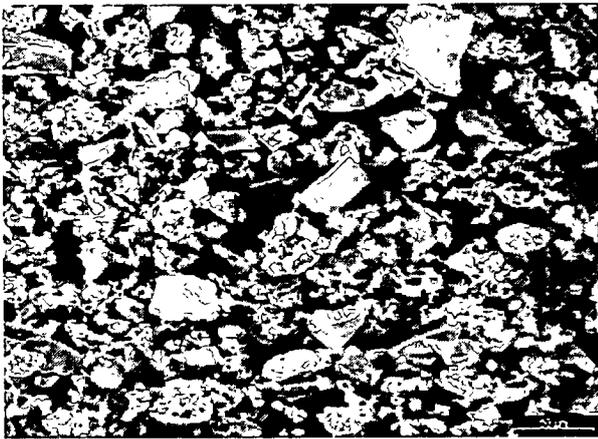


Fig. 20



Fig. 21



Fig. 22



Fig. 23

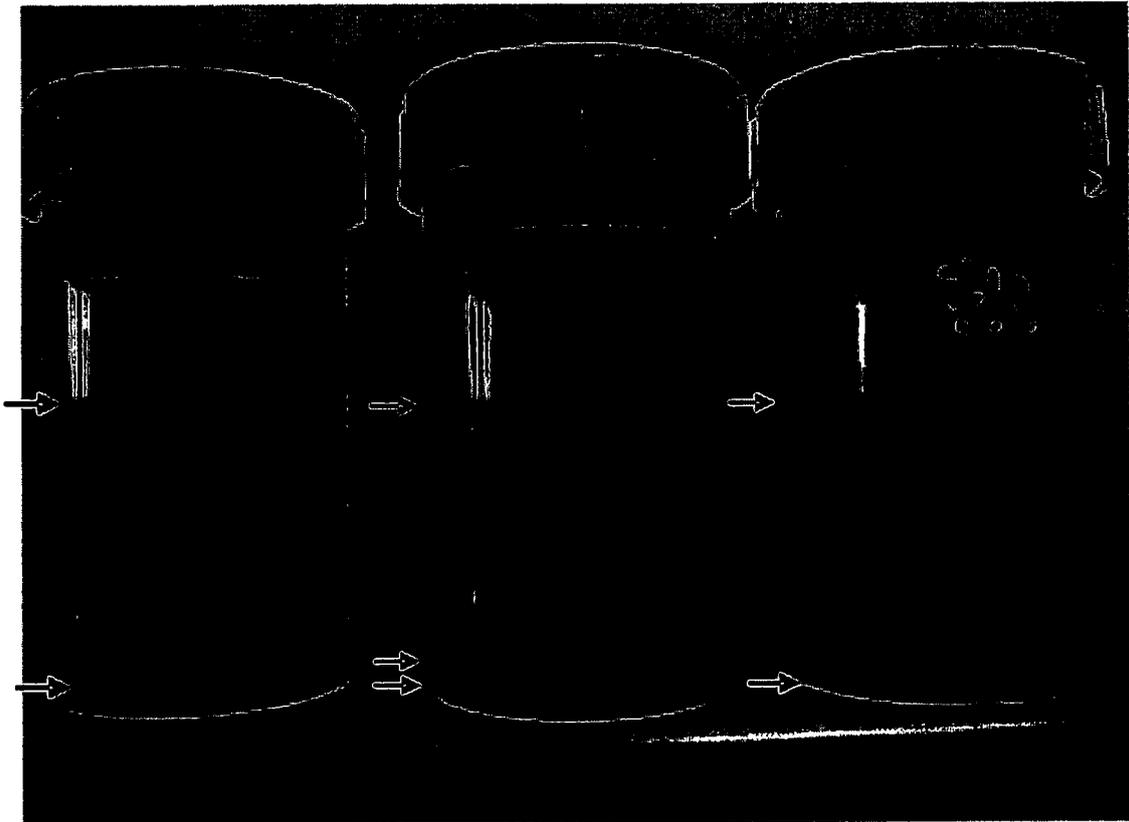


Fig. 24

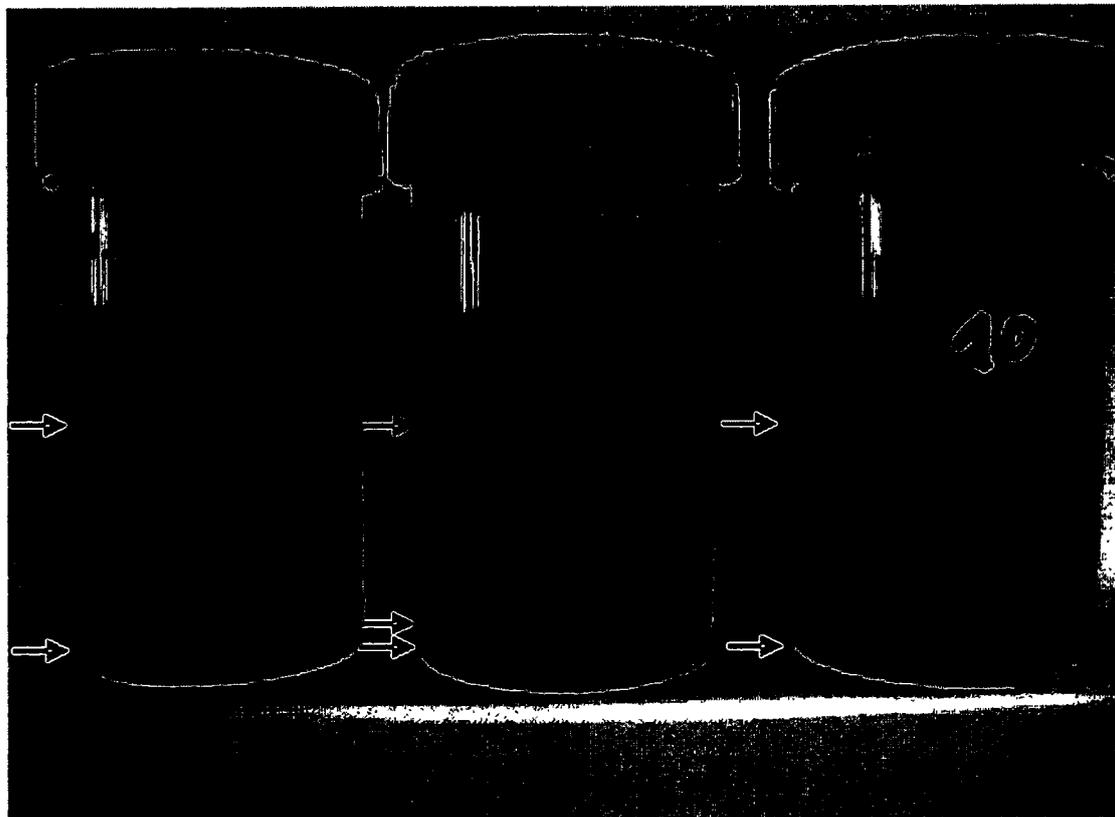


Fig. 25