

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
12. September 2008 (12.09.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/107075 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:

C09B 67/04 (2006.01) C09D 5/00 (2006.01)
C09B 67/22 (2006.01) C09D 11/02 (2006.01)
C09B 67/46 (2006.01)

(74) Anwälte: HÜTTER, Klaus usw.; Clariant Produkte (Deutschland) GmbH, Group Intellectual Property, Am Unisys-Park 1, 65843 Sulzbach (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/001308

(22) Internationales Anmeldedatum:
20. Februar 2008 (20.02.2008)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2007 011 066.0 7. März 2007 (07.03.2007) DE

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): CLARIANT INTERNATIONAL LTD [CH/CH]; Rothausstrasse 61, CH-4132 Muttenz 1 (CH).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): GANSCHOW, Matthias [DE/DE]; Philippsbergstrasse 21, 65195 Wiesbaden (DE). PLÜG, Carsten [DE/DE]; Am Breitenlohberg 2i, 64367 Mühlthal/Niederbeerbach (DE). REIPEN, Tanja [DE/DE]; Kurt-Schumacher-Strasse 43, 55124 Mainz (DE).

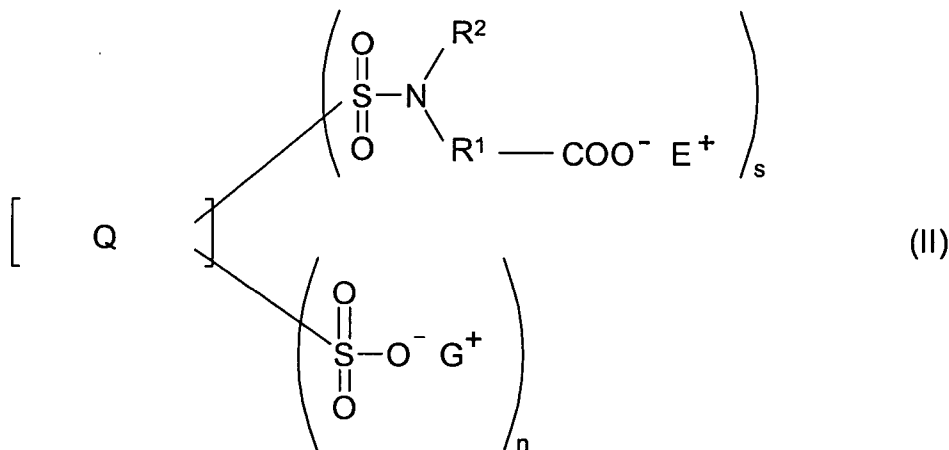
(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

(54) Title: PIGMENT PREPARATIONS BASED ON DIKETOPYRROLOPYRROLES

(54) Bezeichnung: PIGMENTZUBEREITUNGEN AUF BASIS VON DIKETOPYRROLOPYRROLEN



(57) Abstract: The invention relates to a pigment preparation characterised by a C.I. Pigment Red 254 content with an average particle size of between 20 and 100 nm, and to a pigment dispersant of formula (II) wherein Q¹ is a radical of an organic pigment from the group C.I. Pigment Red 264 and C.I. Pigment Violet 19.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an C.I. Pigment Red 254 mit einer mittleren Teilchengröße von 20 bis 100 nm sowie einem Pigmentdispersator der Formel (II), worin Q¹ ein Rest eines organischen Pigments aus der Gruppe C.I. Pigment Red 264 und C.I. Pigment Violet 19 ist.

WO 2008/107075 A2

Beschreibung

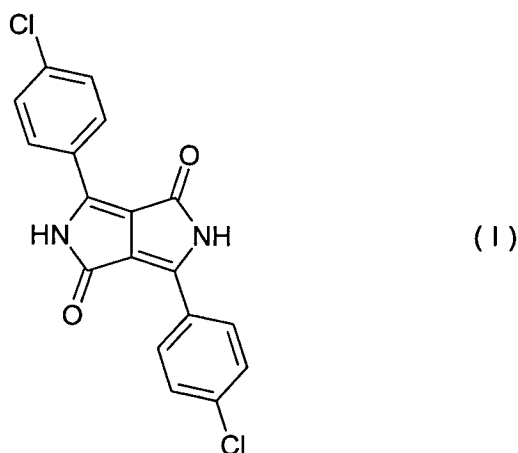
Pigmentzubereitungen auf Basis von Diketopyrrolopyrrolen

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft neue Pigmentzubereitungen mit C.I. Pigment Red 254 als Basispigment und bestimmten anionischen Pigmentdispergatoren.

Pigmentzubereitungen sind Kombinationen von Basispigmenten und so genannten Pigmentdispergatoren, das sind mit spezifisch wirksamen Gruppen substituierete Pigmente. Die Pigmentdispergatoren werden den Pigmenten
10 zugesetzt, um die Dispergierung in den Anwendungsmedien, insbesondere in Lacken, Druckfarben und Tinten zu erleichtern und um die rheologischen und coloristischen Eigenschaften der Pigmente zu verbessern. Dadurch kann beispielsweise die Farbstärke, die Transparenz und der Glanz in vielen
15 Anwendungen erhöht werden.

Zur Herstellung von Farbfiltern werden besonders feinteilige Pigmente eingesetzt, um die Partikel-Streuung, die zu einer Herabsetzung des Kontrastverhältnisses führt, weitgehend auszuschließen.

- 20 WO 01/04215 offenbart ein feinteiliges Diketopyrrolopyrrolpigment, C.I. Pigment Red 254 (I),



das durch eine besonders enge Teilchengrößenverteilung gepaart mit hoher
25 Kristallinität und einer speziellen Absorptionscharakteristik gekennzeichnet ist. Ein

solches C.I. Pigment Red 254 kann erhalten werden, indem ein Rohpigment zunächst mit einem anorganischen Salz trocken bei mindestens 80 °C gerührt und anschließend einem Knetprozess mit anorganischen Salzen in Gegenwart von organischen Lösungsmitteln ausgesetzt wird.

5

Basierend auf diesem bekannten Verfahren sind Handelsprodukte erhältlich, die für Anwendungen, in denen hohe Transparenz erforderlich ist, empfohlen werden. Diese Pigmente genügen jedoch nicht immer allen Anforderungen der Technik. Insbesondere bestand noch ein Verbesserungsbedarf hinsichtlich der

10 Transparenz, Dispergierbarkeit und Rheologie.

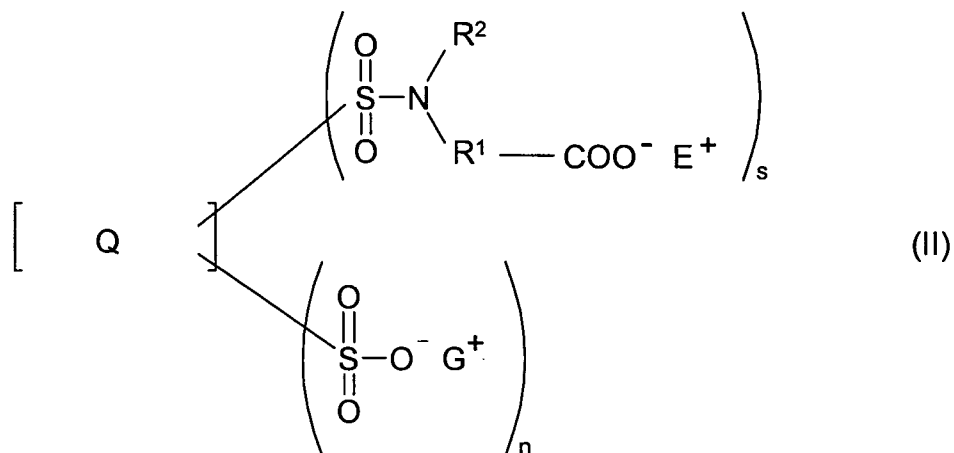
Die EP-A-1 104 789 beschreibt Pigmentdispergatoren auf Basis von Pigmenten, wie z.B. von Diketopyrrolopyrrolen oder Chinacridonen.

15 Es bestand die Aufgabe, Pigmentzubereitungen mit C.I. Pigment Red 254 als Basispigment zur Verfügung zu stellen, die hohe Farbstärke, niedrige Viskosität und möglichst geringe Farbtonabweichung vom Basispigment C.I. Pigment Red 254 aufweisen und insbesondere für Farbfilteranwendungen geeignet sind.

20 Es wurde gefunden, dass Pigmentzubereitungen auf Basis von C.I. Pigment Red 254 mit bestimmter Teilchengröße und den nachstehend definierten Pigmentdispergatoren diese Aufgabe lösen, obwohl aufgrund der Coloristik der Einzelverbindungen eine deutlich größere Farbtonabweichung zu erwarten gewesen wäre.

25

Gegenstand der Erfindung sind Pigmentzubereitungen, gekennzeichnet durch einen Gehalt von C.I. Pigment Red 254 mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 20 bis 100 nm, und einem Pigmentdispergator der Formel (II)



worin

- Q ein Rest eines organischen Pigments aus der Gruppe C.I. Pigment Red 264 und C.I. Pigment Violet 19 ist;
- 5 s eine Zahl von 1 bis 5 darstellt;
- n eine Zahl von 0 bis 4 darstellt; wobei die Summe von s und n 1 bis 5 beträgt;
- 10 R¹ einen bivalenten verzweigten oder unverzweigten, gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 C-Atomen, oder einen C₅-C₇-Cycloalkylenrest, oder einen bivalenten aromatischen Rest mit 1, 2 oder 3, vorzugsweise 1 oder 2 aromatischen Ringen, wobei die Ringe kondensiert vorliegen oder durch eine Bindung verknüpft sein können, wie beispielsweise ein Phenyl-, Biphenyl- oder Naphthyl-Rest, oder
- 15 einen bivalenten heterocyclischen Rest mit 1, 2 oder 3 Ringen, der 1, 2, 3 oder 4 Heteroatome aus der Gruppe O, N und S enthält, oder eine Kombination davon bedeutet; wobei die vorstehend genannten Kohlenwasserstoff-, Cycloalkyl-, Aromaten- und Heteroaromaten-Reste durch 1, 2, 3 oder
- 20 4 Substituenten aus der Gruppe OH, CN, F, Cl, Br, NO₂, CF₃, C₁-C₆-Alkoxy, S-C₁-C₆-Alkyl, NHCONH₂, NHC(NH)NH₂, NHCO-C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₆-Alkyl, COOR²⁰, CONR²⁰R²¹, NR²⁰R²¹, SO₃R²⁰, COO⁻E⁺, SO₃⁻E⁺ oder SO₂-NR²⁰R²¹ substituiert sein können, wobei R²⁰ und R²¹ gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, Phenyl oder C₁-C₆-Alkyl bedeuten;
- 25 R² Wasserstoff, R¹ oder R¹-COO⁻E⁺ bedeutet;

E^+ und G^+ das Äquivalent M^{m+}/m eines Metallkations M^{m+} aus der 1. bis 5.

Hauptgruppe oder aus der 1. oder 2. oder der 4. bis 8. Nebengruppe des Periodensystems der chemischen Elemente bezeichnet, wobei m eine der
 5 Zahlen 1, 2 oder 3 ist, wie beispielsweise Li^{1+} , Na^{1+} , K^{1+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} ,
 Ba^{2+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} oder Fe^{3+} ; oder ein
 unsubstituiertes oder substituiertes Ammoniumion ist.

Für den Fall, dass E^+ oder G^+ ein Ammoniumion darstellen, kommen dafür in

10 Betracht:



wobei die Substituenten R^9 , R^{10} , R^{11} und R^{12} unabhängig voneinander jeweils ein
 Wasserstoffatom, C_1 - C_{30} -Alkyl, C_2 - C_{30} -Alkenyl, C_5 - C_{30} -Cycloalkyl, Phenyl,

(C_1 - C_8)-Alkyl-phenyl, (C_1 - C_4)-Alkylen-phenyl, beispielsweise Benzyl, oder eine
 15 (Poly)alkylenoxy-gruppe der Formel $-[CH(R^{80})-CH(R^{80})-O]_k-H$ sind, in der k eine
 Zahl von 1 bis 30 ist und die beiden Reste R^{80} unabhängig voneinander
 Wasserstoff,

C_1 - C_4 -Alkyl oder, sofern $k > 1$ ist, eine Kombination davon bedeuten;

und worin als R^9 , R^{10} , R^{11} und/oder R^{12} ausgewiesenes Alkyl, Alkenyl, Cycloalkyl,
 20 Phenyl oder Alkylphenyl durch Amino, Hydroxy, und/oder Carboxy substituiert sein
 können;

oder wobei die Substituenten R^9 und R^{10} zusammen mit dem quartären N-Atom
 ein fünf- bis siebengliedriges gesättigtes Ringsystem, das ggf. noch weitere
 Heteroatome aus der Gruppe O, S und N enthält, bilden können, beispielsweise

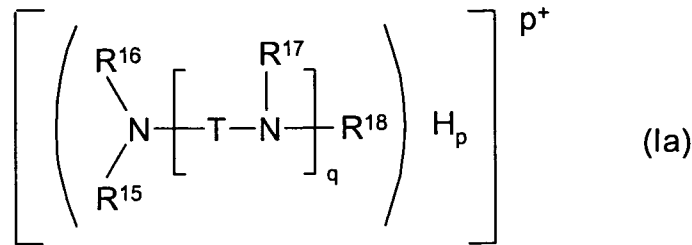
25 vom Pyrrolidon-, Imidazolidin-, Hexamethylenimin-, Piperidin-, Piperazin- oder
 Morpholin-Typ;

oder wobei die Substituenten R^9 , R^{10} und R^{11} zusammen mit dem quartären
 N-Atom ein fünf- bis siebengliedriges aromatisches Ringsystem, das ggf. noch
 weitere Heteroatome aus der Gruppe O, S und N enthält und an dem ggf.

30 zusätzliche Ringe ankondensiert sind, bilden können, beispielsweise vom Pyrrol-,
 Imidazol-, Pyridin-, Picolin-, Pyrazin-, Chinolin- oder Isochinolin-Typ;

oder

(ii) ein Ammoniumion der Formel (Ia) bedeutet,



worin

R^{15} , R^{16} , R^{17} und R^{18} unabhängig voneinander Wasserstoff oder eine

5 (Poly)alkylenoxygruppe der Formel $-[CH(R^{80})-CH(R^{80})O]_k-H$ bedeuten, in der k eine Zahl von 1 bis 30 ist und die beiden Reste R^{80} unabhängig voneinander Wasserstoff, C_1 - C_4 -Alkyl oder, sofern $k > 1$ ist, eine Kombination davon bedeuten;

q eine Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 1, 2, 3, 4 oder 5 ist;

10 p eine Zahl von 1 bis 5, wobei $p \leq q+1$ ist;

T einen verzweigten oder unverzweigten C_2 - C_6 -Alkylrest bedeutet; oder worin T , wenn $q > 1$ ist, auch eine Kombination von verzweigten oder unverzweigten C_2 - C_6 -Alkylresten sein kann.

15 Von besonderem Interesse sind Pigmentdispergatoren der Formel (II) mit $s = 1$ bis 4, $n = 0$ bis 2 und der Summe aus s und n von 1 bis 4. Insbesondere sind Pigmentdispergatoren der Formel (II) mit $s = 1$ bis 3, $n = 0,2$ bis 1,5 und der Summe aus s und n von 1 bis 3 von Interesse.

20 Von besonderem Interesse sind weiterhin Pigmentdispergatoren der Formel (II), worin R^1 eine verzweigte oder unverzweigte C_1 - C_{10} -Alkyl-Gruppe, insbesondere Ethylen, Propylen oder Butylen, oder ein Phenylrest ist.

Von besonderem Interesse sind weiterhin Pigmentdispergatoren der Formel (II), worin R^2 Wasserstoff oder C_1 - C_6 -Alkyl, insbesondere H, Methyl oder Ethyl,

25 bedeutet.

Von besonderem Interesse sind weiterhin Pigmentdispergatoren der Formel (II), bei denen E^+ und G^+ das entsprechende stöchiometrische Äquivalent von Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} oder Al^{3+} bedeuten.

Die Pigmentdispergatoren der Formel (II) sind an sich bekannte Verbindungen und lassen sich nach bekannten Verfahren herstellen, z.B. nach EP-B1-1 362 081.

- 5 In den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen ist das Gewichtsverhältnis von C.I. Pigment Red 254 zu Pigmentdispergator der Formel (II) bevorzugt zwischen (99,9 zu 0,1) und (80 zu 20), besonders bevorzugt zwischen (99 zu 1) und (83 zu 17), insbesondere zwischen (97 zu 3) und (85 zu 15), und ganz besonders bevorzugt zwischen (95 zu 5) und (87 zu 13).

10

Für eine Mischung der Komponenten C. I. Pigment Red 254 und dem erfindungsgemäßen Pigmentdispergator im beanspruchten Mengenverhältnis wäre eine Abweichung von ΔH und ΔC jeweils größer als 3,0 zu erwarten. Chroma (C) ist der Parameter, der die Buntheit der Farbe bei gegebener Helligkeit

- 15 beschreibt, ΔC beschreibt die Differenz in der Buntheit von zwei Farben. Analog beschreibt ΔH den Unterschied im Farbton bei zwei zu vergleichenden Farben. Überraschenderweise zeigte sich jedoch, dass eine Färbung nach DIN EN ISO 787-26 mit 1/3 Standard-Farbtiefe im Alkyd/Melaminharz-Lacksystem mit einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung im Vergleich zu einer Färbung des
- 20 entsprechenden reinen C.I. Pigment Red 254 und gleicher Teilchengröße ein ΔH (nach CIELAB) von vorzugsweise nicht mehr als 2,0, insbesondere nicht mehr als 1,5 und besonders bevorzugt von nicht mehr als 1,0 aufweist. Vorzugsweise ist das ΔC (nach CIELAB) nicht größer als 2,0, insbesondere nicht größer als 1,5 und besonders bevorzugt nicht größer als 1,0.

- 25 Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind vorzugsweise hochkristallin, gekennzeichnet durch eine Halbwertsbreite HWB des Hauptpeaks von 0,2 bis 0,7 $^{\circ}2\theta$, insbesondere von 0,3 bis 0,5 $^{\circ}2\theta$, im Röntgenpulverdiffraktogramm mit CuK_{α} Strahlung.

- 30 Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen enthalten das Basispigment mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 20 bis 100 nm, vorzugsweise 30 bis 80 nm. Die Teilchengrößenverteilung von C.I. Pigment Red 254 ist vorzugsweise einer Gauss-Verteilung angenähert, in der die Standardabweichung σ

vorzugsweise kleiner als 40 nm, besonders bevorzugt kleiner als 30 nm, ist. In der Regel liegen die Standardabweichungen zwischen 5 und 40 nm, vorzugsweise zwischen 10 und 30 nm.

- 5 Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen haben überraschenderweise eine sehr geringe Viskosität, vorzugsweise eine Viskosität von 3 bis 50 mPa·s, gemessen bei 20 °C mit einem Kegel-Platte-Viskosimeter, z.B. RS75 der Fa. Haake.
- 10 Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können neben dem Diketopyrrolopyrrolpigment und dem Pigmentdispergator noch weitere übliche Hilfsmittel oder Zusatzstoffe enthalten, wie beispielsweise Tenside, Dispergiermittel, Füllstoffe, Stellmittel, Harze, Wachse, Entschäumer, Antistaubmittel, Extender, Antistatika, Konservierungsmittel,
- 15 Trocknungsverzögerungsmittel, Netzmittel, Antioxidantien, UV-Absorber und Lichtstabilisatoren, vorzugsweise in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentzubereitung.
- 20 Als Tenside kommen anionische oder anionaktive, kationische oder kationaktive und nichtionische oder amphotere Substanzen oder Mischungen dieser Mittel in Betracht.
- Als anionaktive Substanzen kommen beispielsweise Fettsäuretauride, Fettsäure-
- 25 N-methyltauride, Fettsäureisethionate, Alkylphenylsulfonate, beispielsweise Dodecylbenzolsulfonsäure, Alkyl-naphthalinsulfonate, Alkylphenolpolyglykoethersulfate, Fettalkoholpolyglykoethersulfate, Fettsäureamid-polyglykoethersulfate, Alkylsulfosuccinamate, Alkenylbernsteinsäurehalbester, Fettalkoholpolyglykol-ethersulfosuccinate,
- 30 Alkylsulfonate, Fettsäureglutamate, Alkylsulfosuccinate, Fettsäuresarkoside; Fettsäuren, beispielsweise Palmitin-, Stearin- und Ölsäure; die Salze dieser anionischen Substanzen und Seifen, beispielsweise Alkalisalze von Fettsäuren, Naphthensäuren und Harzsäuren, beispielsweise Abietinsäure, alkalilösliche

Harze, beispielsweise kolophoniummodifizierte Maleinatharze und Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurchlorid, Taurin, N,N'-Diethylamino-propylamin und p-Phenylendiamin in Betracht. Bevorzugt sind Harzseifen, d.h. Alkalisalze von Harzsäuren.

5

Als kationaktive Substanzen kommen beispielsweise quaternäre Ammoniumsalze, Fettaminoxalkylate, Polyoxyalkylenamine, oxalkylierte Polyamine, Fettaminpolyglykoether, primäre, sekundäre oder tertiäre Amine, beispielsweise Alkyl-, Cycloalkyl oder cyclisierte Alkylamine, insbesondere Fettamine, von Fettaminen oder Fettalkoholen abgeleitete Di- und Polyamine und deren Oxalkylate, von Fettsäuren abgeleitete Imidazoline, Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindungen oder -harze mit einem Aminindex zwischen 100 und 800 mg KOH pro g der Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindung, und Salze dieser kationenaktiven Substanzen, wie beispielsweise Acetate oder Chloride, in Betracht.

15

Als nichtionogene und amphotere Substanzen kommen beispielsweise Fettamincarboxyglycinate, Aminoxide, Fettalkoholpolyglykoether, Fettsäurepolyglykolester, Betaine, wie Fettsäureamid-N-propyl-betaine, Phosphorsäureester von aliphatischen und aromatischen Alkoholen, Fettalkoholen oder Fettalkoholpoly-glykoethern, Fettsäureamidethoxylate, Fettalkohol-alkylenoxid-Addukte und Alkylphenolpolyglykoether in Betracht.

20

Mit nichtpigmentären Dispergiernmitteln sind Substanzen gemeint, die strukturell nicht von organischen Pigmenten abgeleitet sind. Sie werden als Dispergiernmittel entweder bereits bei der Herstellung von Pigmenten, oft aber auch bei der Einarbeitung der Pigmente in die zu färbenden Anwendungsmedien, beispielsweise bei der Herstellung von Colorfiltern durch Dispergierung der Pigmente in den entsprechenden Bindemitteln, zugegeben. Es können polymere Substanzen sein, beispielsweise Polyolefine, Polyester, Polyether, Polyamide, Polyimine, Polyacrylate, Polyisocyanate, Blockcopolymere daraus, Copolymere aus den entsprechenden Monomeren oder Polymere einer Klasse, die mit wenigen Monomeren einer anderen Klasse modifiziert sind. Diese polymeren

30

- Substanzen tragen polare Ankergruppen wie beispielsweise Hydroxy-, Amino-, Imino- und Ammoniumgruppen, Carbonsäure- und Carboxylatgruppen, Sulfonsäure- und Sulfonatgruppen oder Phosphonsäure- und Phosphonatgruppen, und können auch mit aromatischen, nicht pigmentären
- 5 Substanzen modifiziert sein. Nichtpigmentäre Dispergiermittel können des Weiteren auch chemisch mit funktionellen Gruppen modifizierte aromatische, nicht von organischen Pigmenten abgeleitete Substanzen sein. Derartige nichtpigmentäre Dispergiermittel sind dem Fachmann bekannt und zum Teil im Handel erhältlich (z.B. Solsperse[®], Avecia; Disperbyk[®], Byk-Chemie, Efka[®], Efka).
- 10 Es sollen im Folgenden stellvertretend einige Typen genannt werden, zum Einsatz können jedoch prinzipiell beliebige andere, beschriebene Substanzen kommen, beispielsweise Kondensationsprodukte aus Isocyanaten und Alkoholen, Di- oder Polyolen, Aminoalkoholen oder Di- oder Polyaminen, Polymere aus Hydroxycarbonsäuren, Copolymere aus Olefinmonomeren oder Vinylmonomeren
- 15 und ethylenisch ungesättigten Carbonsäuren und -estern, urethanhaltige Polymere von ethylenisch ungesättigten Monomeren, urethanmodifizierte Polyester, Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurhalogeniden, Nitroxylverbindungen enthaltende Polymere, Polyesteramide, modifizierte Polyamide, modifizierte Acrylpolymere, Dispergiermittel mit kammartiger Struktur
- 20 aus Polyestern und Acrylpolymeren, Phosphorsäureester, von Triazin abgeleitete Polymere, modifizierte Polyether, oder von aromatischen, nichtpigmentären Substanzen abgeleitete Dispergiermittel. Dabei werden diese Grundstrukturen vielfach weiter modifiziert, beispielsweise durch chemische Umsetzung mit weiteren, funktionelle Gruppen tragenden Substanzen oder durch Salzbildung.
- 25 Die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung kann als vorzugsweise wässriger Presskuchen oder Feuchtgranulat zum Einsatz kommen, in der Regel handelt es sich jedoch um feste Systeme von pulverförmiger Beschaffenheit.
- 30 Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, dadurch gekennzeichnet, dass man C.I. Pigment Red 254 vor oder während einer Knetung, Nassmahlung, Trockenmahlung oder Finishbehandlung mit dem Pigmentdispergator der Formel

(II) versetzt.

Beispielsweise können die trockenen Komponenten in Granulat- oder Pulverform vor oder nach einer Mahlung gemischt werden; die eine Komponente kann zur
5 anderen Komponente in feuchter oder trockener Form zugegeben werden, beispielsweise durch Mischen der Komponenten in Form der feuchten Presskuchen.

Das Mischen kann beispielsweise durch eine Mahlung in trockener Form, in feuchter Form, beispielsweise durch Knetung, oder in Suspension erfolgen, oder
10 durch eine Kombination dieser Verfahren. Die Mahlung kann unter Zusatz von Wasser, Lösemitteln, Säuren oder Mahlhilfsmitteln wie Salz durchgeführt werden.

Das Mischen kann auch durch Zugabe des Pigmentdispergators während des Herstellungsprozess des C. I. Pigment Red 254 erfolgen.

15 Die Zugabe des Pigmentdispergators zum C. I. Pigment Red 254 erfolgt aber vorzugsweise nach der chemischen Bildung des C. I. Pigment Red 254 und vor oder während der Bildung der feinen Teilchen.

Besonders bevorzugt erfolgt die Zugabe des Pigmentdispergators zum Diketopyrrolopyrrolpigment während einer Trocken- oder Nassmahlung. Die dabei
20 gebildete feinkristalline Pigmentzubereitung kann einer Nachbehandlung, im allgemeinen als Finish bezeichnet, unterworfen werden, beispielsweise in Wasser und/oder Lösemitteln und meist unter erhöhter Temperatur, beispielsweise bis 200 °C, und ggf. erhöhtem Druck. Der Pigmentdispergator kann auch nach der Trocken- oder Nassmahlung, aber vor oder während des Finishes zugegeben
25 werden. Selbstverständlich kann der Pigmentdispergator auch in Teilportionen zu unterschiedlichen Zeiten zugegeben werden.

Bei der Trocknung einer feuchten Pigmentzubereitung können die bekannten Trockenaggregate zum Einsatz kommen, wie Trockenschränke,
30 Schaufelradtrockner, Taumeltrockner, Kontaktrockner und insbesondere Spinflash- und Sprühtrockner.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen zeichnen sich aus durch ihre hervorragenden coloristischen und rheologischen Eigenschaften, insbesondere hohe Flockungsstabilität, leichte Dispergierbarkeit, gute Rheologie, hohe Farbstärke, Transparenz und Sättigung (Chroma). Sie sind in vielen

5 Anwendungsmedien leicht und bis zu hohen Feinheiten dispergierbar. Solche Pigmentdispersionen zeigen hervorragende rheologische Eigenschaften selbst bei hoher Pigmentierung der Lack- oder Druckfarbkonzentrate. Auch andere Eigenschaften, wie beispielsweise Glanz, Überlackierbarkeit, Lösemittlechtheit, Alkali- und Säureechtheit, Licht- und Wetterechtheiten und hohe Reinheit des

10 Farbtönen, sind sehr gut. Außerdem lassen sich mit den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen Farbtöne im roten Bereich erzielen, die beim Einsatz in Farbfiltern gefragt sind. Hier sorgen sie für hohen Kontrast und genügen auch den sonstigen, beim Einsatz in Color Filtern gestellten Anforderungen, wie hohe Temperaturstabilität oder steile und schmale Absorptionsbanden. Sie können mit

15 hoher Reinheit und niedrigen Gehalten an Ionen hergestellt werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen lassen sich prinzipiell zum Pigmentieren von allen hochmolekularen organischen Materialien natürlicher oder synthetischer Herkunft einsetzen, beispielsweise von Kunststoffen, Harzen,

20 Lacken, insbesondere Metallic-Lacken, Anstrichfarben, elektrographischen Tonern und Entwicklern, Elektretmaterialien, Farbfiltern sowie von Tinten, Druckfarben.

Hochmolekulare organische Materialien, die mit den erfindungsgemäßen

25 Pigmentzubereitungen pigmentiert werden können, sind beispielsweise Celluloseverbindungen, wie beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetate oder Cellulosebutyrate, natürliche Bindemittel, wie beispielsweise Fettsäuren, fette Öle, Harze und deren Umwandlungsprodukte, oder Kunstharze, wie Polykondensate, Polyaddukte,

30 Polymerisate und Copolymerisate, wie beispielsweise Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste und Phenolharze, wie Novolake oder Resole, Harnstoffharze, Polyvinyle, wie Polyvinylalkohole, Polyvinylacetale, Polyvinylacetate oder Polyvinylether,

- Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen oder Polypropylen, Poly(meth)acrylate und deren Copolymerisate, wie Polyacrylsäureester oder Polyacrylnitrile, Polyamide, Polyester, Polyurethane, Cumaron-Inden- und Kohlenwasserstoffharze, Epoxidharze, ungesättigte
- 5 Kunstharze (Polyester, Acrylate) mit den unterschiedlichen Härtemechanismen, Wachse, Aldehyd- und Ketonharze, Gummi, Kautschuk und seine Derivate und Latices, Casein, Silikone und Silikonharze; einzeln oder in Mischungen. Dabei spielt es keine Rolle, ob die erwähnten hochmolekularen organischen Verbindungen als plastische Massen, Schmelzen oder in Form von
- 10 Spinnlösungen, Dispersionen, Lacken, Anstrichstoffen oder Druckfarben vorliegen. Je nach Verwendungszweck erweist es sich als vorteilhaft, die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Blend oder in Form von Präparationen oder Dispersionen zu benutzen.
- 15 Es ist auch möglich, die Pigmentzubereitung erst bei der Einarbeitung in das hochmolekulare organische Medium herzustellen. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher auch ein hochmolekulares organisches Material, enthaltend eine färberisch wirksame Menge einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung.
- 20 Bezogen auf das zu pigmentierende, hochmolekulare organische Material setzt man die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung meist in einer Menge von 0,01 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 20 Gew.-%, ein. Für Farbfilter-Anwendungen können auch höhere Farbmittelkonzentrationen zum Einsatz kommen.
- 25 Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind auch geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie beispielsweise Ein- oder Zweikomponentenpulvertönern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner. Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und
- 30 Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in

Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

- 5 Des Weiteren sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen geeignet als Farbmittel in Pulvern und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen.

10

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Farbmittel in Ink-Jet Tinten auf wässriger und nichtwässriger Basis sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-melt-Verfahren arbeiten, geeignet.

Ink-Jet-Tinten enthalten im Allgemeinen insgesamt 0,5 bis 15 Gew.-%,

- 15 vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, (trocken gerechnet) der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung.

Mikroemulsionstinten basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und ggf. einer zusätzlichen hydrotropen Substanz (Grenzflächenvermittler).

- 20 Mikroemulsionstinten enthalten im Allgemeinen 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 5 bis 99 Gew.-% Wasser und 0,5 bis 94,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindung.

"Solvent based" Ink-Jet-Tinten enthalten vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 85 bis 99,5 Gew.-% organisches

- 25 Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindungen.

Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60 °C und ca. 140 °C liegt. Hot-Melt Ink-Jet-Tinten bestehen z.B. im Wesentlichen aus 20 bis

- 30 90 Gew.-% Wachs und 1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als "Farbstofflöser"), 0 bis 5 Gew.-% Dispergierhilfsmittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-%

Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. Kristallisation der Wachse) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein.

Insbesondere sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Farbmittel
5 für Farbfilter, sowohl für die additive wie auch für die subtraktive Farberzeugung, wie beispielsweise in elektro-optischen Systemen wie Fernsehbildschirmen, LCD (liquid crystal displays), charge coupled devices, plasma displays oder electroluminescent displays, die wiederum aktive (twisted nematic) oder passive (supertwisted nematic) ferroelectric displays oder light-emitting diodes sein
10 können, sowie als Farbmittel für elektronische Tinten („electronic inks“ bzw. „e-inks“) oder „electronic paper“ („e-paper“) geeignet.

Bei der Herstellung von Farbfiltern, sowohl reflektierender wie durchsichtiger Farbfilter, werden Pigmente in Form einer Paste oder als pigmentierte Photoresists in geeigneten Bindemitteln (Acrylate, Acrylester, Polyimide,
15 Polyvinylalkohole, Epoxide, Polyester, Melamine, Gelantine, Caseine) auf die jeweiligen LCD-Bauteilen (z.B. TFT-LCD = Thin Film Transistor Liquid Crystal Displays oder z.B. ((S) TN-LCD = (Super) Twisted Nematic-LCD) aufgebracht. Neben einer hohen Thermostabilität ist für eine stabile Paste bzw. einen pigmentierten Photoresist auch eine hohe Pigmentreinheit Voraussetzung.
20 Darüber hinaus können die pigmentierten Color Filter auch durch Ink Jet-Druckverfahren oder andere geeignete Druckverfahren aufgebracht werden.

Die Rotfarbtöne der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind ganz
25 besonders gut geeignet für den Color Filter Farbset Rot-Grün-Blau (R,G,B). Diese drei Farben liegen als getrennte Farbpunkte nebeneinander vor, und ergeben von hinten durchleuchtet ein Vollfarbbild.

Typische Farbmittel für den roten Farbpunkt sind Pyrrolopyrrol-, Chinacridon- und Azopigmente, wie z.B. C.I. Pigment Red 254, C.I. Pigment Red 209, C.I. Pigment
30 Red 175 und C.I. Pigment Orange 38, einzeln oder gemischt. Für den grünen Farbpunkt werden typischerweise Phthalocyaninfarbmittel eingesetzt, wie z.B. C.I. Pigment Green 36 und C.I. Pigment Green 7.

Bei Bedarf können den jeweiligen Farbpunkten noch weitere Farben zum Nuancieren zugemischt werden. Für den Rot- und Grünfarbton wird bevorzugt mit Gelb abgemischt, zum Beispiel mit C.I. Pigment Yellow 138, 139, 150, 151, 180 und 213.

5

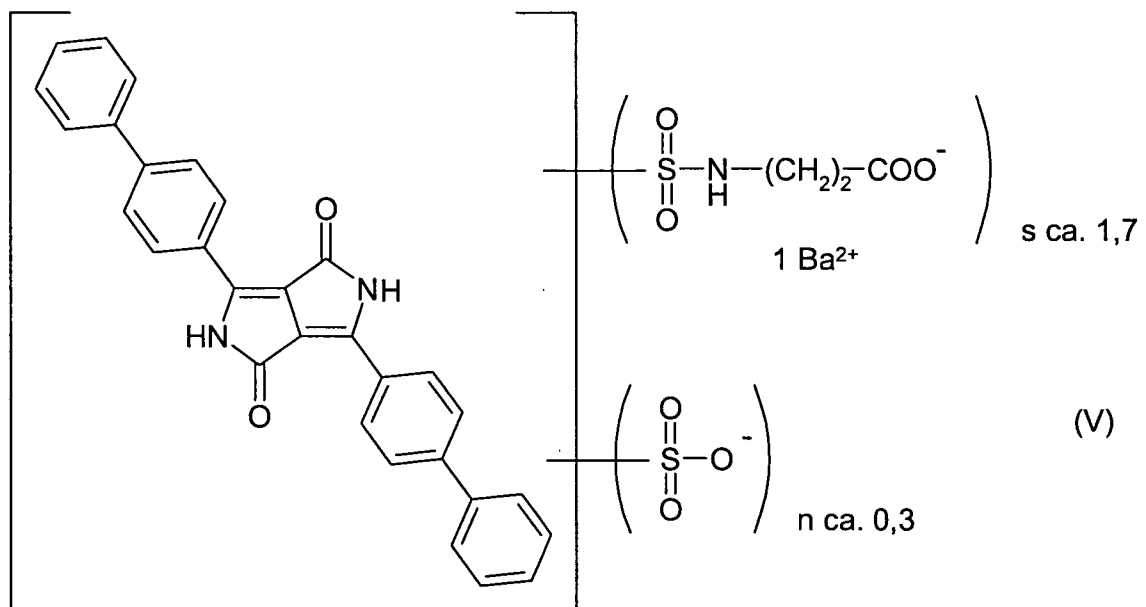
In den folgenden Beispielen bedeuten Prozentangaben Gewichtsprozent und Teile Gewichtsteile, sofern nicht anders angegeben.

10

Beispiel 1: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 10 % des Pigmentdispergators:

15

Ein Gemisch aus 70 Teilen P.R. 254, 1,4 Teilen eines handelsüblichen Fließverbesserers auf Naphthalinsulfonsäure-Basis, 800 Teilen Zirkonoxid-Perlen (0,4-0,6 mm), 600 Teilen Wasser und 7 Teile eines Pigmentdispergators der Formel (V),



20

der analog Beispiel 1 der EP-B1-1 362 081 hergestellt wurde, wird in einer Drais[®] Advantis V3-Mühle gemahlen. Die Mahldauer entspricht fünf bis sechs theoretischen Mahlpässen. Das Mahlgut wird von den Perlen getrennt, filtriert und der Filterkuchen mit einer 1:1-Mischung aus Wasser und Isobutanol bei pH 2

für 2 h zum Rückfluss erhitzt. Nach der Wasserdampfdestillation wird abfiltriert, mit Wasser salzfrei gewaschen, im Vakuum getrocknet und abschließend pulverisiert. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 40 nm (TEM).

5

Beispiel 2: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 und Zugabe von 10 % des Pigmentdispergators vor einer Lösungsmittelbehandlung

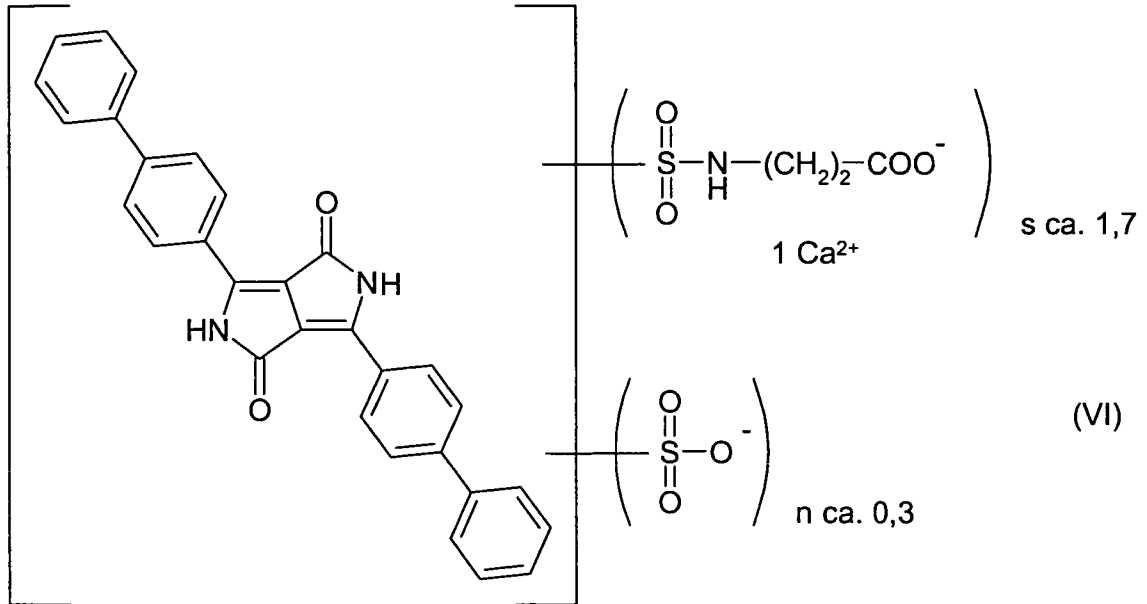
Ein Gemisch aus 90 Teilen P.R. 254, 1,8 Teilen eines handelsüblichen
10 Fließverbesserers auf Naphthalinsulfonsäure-Basis und 800 Teilen Wasser wird homogen angeteigt und mit einer Drais[®] Advantis V3-Mühle in Gegenwart von 800 Teilen Zirkonoxid-Perlen (0,4-0,6 mm) gemahlen. Die Mahldauer entspricht fünf bis sechs theoretischen Mahlpassagen. 740 Teile der 10 %igen
15 Mahlsuspension werden mit 7,4 Teilen eines Pigmentdispergators (V) und Isobutanol versetzt, so dass eine 1:1-Mischung aus Isobutanol und Wasser entsteht. Die Suspension wird bei pH 2 für 2 h zum Rückfluss erhitzt, nach der Abtrennung des Isobutanols durch Wasserdampfdestillation abfiltriert, mit Wasser salzfrei gewaschen, im Vakuum getrocknet und abschließend pulverisiert. Man
20 erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 48 nm (TEM).

Beispiel 3: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 5 % des Pigmentdispergators:

25 Es wird analog Beispiel 1 verfahren, wobei jedoch statt 7 Teile nur 3,5 Teile eines Pigmentdispergators der Formel (V) eingesetzt werden. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 53 nm (TEM).

30 Beispiel 4: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 10 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 1 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator der Formel (VI),



eingesetzt wird. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren
 5 Teilchengröße d_{50} von 39 nm (TEM).

Beispiel 5: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 und Zugabe von 10 % des
 Pigmentdispergators vor einer Lösungsmittelbehandlung:

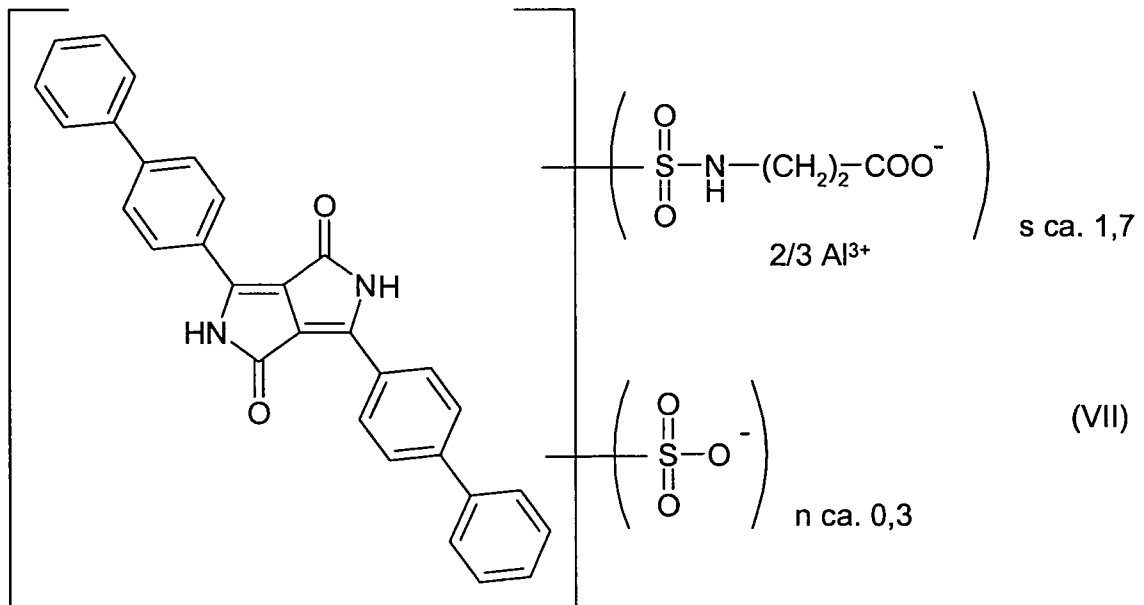
10 Es wird analog dem Beispiel 2 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator
 der Formel (VI) eingesetzt wird.
 Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von
 46 nm (TEM).

15 Beispiel 6: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 5 % des
 Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 4 verfahren, wobei jedoch statt 7 Teile nur 3,5 Teile eines
 Pigmentdispergators der Formel (VI) eingesetzt werden. Man erhält eine rote
 20 Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 41 nm (TEM).

Beispiel 7: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 10 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 1 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator der Formel (VII),



eingesetzt wird. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 37 nm (TEM).

Beispiel 8: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 und Zugabe von 10 % des Pigmentdispergators vor einer Lösungsmittelbehandlung:

Es wird analog dem Beispiel 2 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator der Formel (VII) eingesetzt wird.

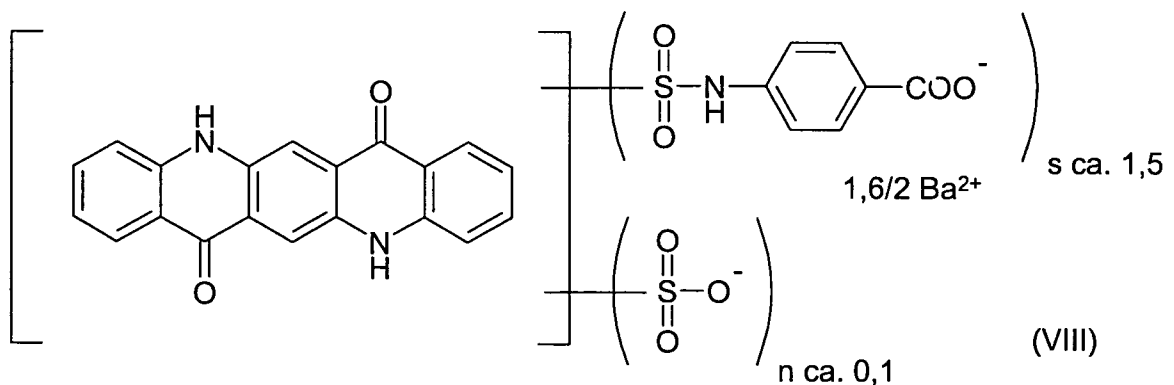
Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 47 nm (TEM).

Beispiel 9: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 5 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 7 verfahren, wobei jedoch statt 7 Teile nur 3,5 Teile eines Pigmentdispergators der Formel (VII) eingesetzt werden. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 37 nm (TEM).

Beispiel 10: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 10 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 1 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator der Formel (VIII),



eingesetzt wird. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 51 nm (TEM).

Beispiel 11: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 und Zugabe von 10 % des Pigmentdispergators vor einer Lösungsmittelbehandlung:

Es wird analog dem Beispiel 2 verfahren, wobei jedoch ein Pigmentdispergator der Formel (VIII) eingesetzt wird.

Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 62 nm (TEM).

5 Beispiel 12: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 5 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 10 verfahren, wobei jedoch statt 7 Teile nur 3,5 Teile eines Pigmentdispergators der Formel (VIII) eingesetzt werden. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 54 nm (TEM).
10

Beispiel 13: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 10 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 7 verfahren, wobei jedoch statt 1,4 Teilen eines handelsüblichen Fließverbesserers auf Naphthalinsulfonsäure-Basis, 5,6 Teile einer 25 %igen Lösung eines Natriumsalzes eines handelsüblichen Styrolacrylatharzes ($M > 15\ 000$) in Wasser eingesetzt wird. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 43 nm (TEM).
15

20 Beispiel 14: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 in Gegenwart von 5 % des Pigmentdispergators:

Es wird analog Beispiel 13 verfahren, wobei jedoch statt 7 Teile nur 3,5 Teile eines Pigmentdispergators der Formel (VIII) eingesetzt werden. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 41 nm (TEM).
25

Vergleichsbeispiel A: Perlmahlung von C. I. Pigment Red 254 ohne einen Pigmentdispergator

30

Ein Gemisch aus 90 Teilen P.R. 254, 1,8 Teilen eines handelsüblichen Fließverbesserers auf Naphthalinsulfonsäure-Basis und 800 Teilen Wasser wird homogen angeteigt und mit einer Drais® Advantis V3-Mühle in Gegenwart von

800 Teilen Zirkonoxid-Perlen (0.4-0.6 mm) gemahlen. Die Mahldauer entspricht fünf bis sechs theoretischen Mahlpassagen. Die Mahlsuspension wird mit Isobutanol versetzt, so dass eine 1:1-Mischung aus Isobutanol und Wasser entsteht. Die Suspension wird bei pH 2 für 2 h zum Rückfluss erhitzt, nach der
 5 Abtrennung des Isobutanol durch Wasserdampfdestillation abfiltriert, mit Wasser salzfrei gewaschen, im Vakuum getrocknet und abschließend pulverisiert. Man erhält eine rote Pigmentzubereitung mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 102 nm (TEM).

10 Korngrößenverteilung der Proben:

Für die Teilchengrößenverteilung wird eine Serie elektronenmikroskopischer Aufnahmen verwendet. Die Primärteilchen werden visuell identifiziert. Die Fläche jeden Primärteilchens wird mit Hilfe eines graphischen Tablett bestimmt. Aus der Fläche wird der Durchmesser des flächengleichen Kreises ermittelt. Die
 15 Häufigkeitsverteilung der so berechneten Äquivalentdurchmesser wird bestimmt und die Häufigkeiten in Volumenanteile umgerechnet und als Teilchengrößenverteilung dargestellt.

Die Standardverteilung ist ein Maß für die Breite der Verteilung. Je kleiner die Standardabweichung ist, desto schmaler ist die Teilchengrößenverteilung.

20

Tabelle 1: Korngrößenverteilung und Standardabweichung

Probe	d_{50} [nm]	Standardabweichung σ [nm]
Beispiel 1	40	16
Beispiel 2	48	24
Beispiel 3	53	15
Beispiel 4	39	15
Beispiel 5	46	23
Beispiel 6	41	18
Beispiel 7	37	18

Probe	d_{50} [nm]	Standardabweichung σ [nm]
Beispiel 8	47	21
Beispiel 9	37	15
Beispiel 10	51	19
Beispiel 11	62	27
Beispiel 12	54	24
Beispiel 13	43	15
Beispiel 14	41	14
Vergleichsbeispiel A	102	42

Kristallinität der Proben:

Unter Halbwertsbreite HWB versteht man die Breite des Reflexes in halber Höhe (Hälfte des Maximums) des jeweils größten Peaks (bei $2\theta^\circ$).

- 5 Die Halbwertsbreite der Proben wird mit einem STOE θ -Diffraktometer (Cu- K_α , U = 40 kV, I = 40 mA) gemessen (Blenden: primärseitig/vertikal 2 x 8 mm, primärseitig/ horizontal 1,0 mm, sekundärseitig 0,5 mm). Als Probenträger wird ein Standard-Stahlträger verwendet. Die Messzeit ist an die gewünschte statistische Sicherheit angepasst, der Winkelbereich 2θ beträgt in der Übersichtsmessung
- 10 5 - 30° und die Schrittweite $0,02^\circ$ mit einer Zeitperiode von 3 s. Im Spezialbereich wird von 23 - 30° mit einer Schrittweite von $0,02^\circ$ und einer Zeitperiode von 6 s gemessen.
- Der Röntgenstrahl wird durch einen Graphit-Sekundärmonochromator monochromatisiert und mit einem Szintillationszähler unter kontinuierlicher
- 15 Probendrehung vermessen. Zur Auswertung wird ein Profilit über den gesamten Winkelbereich der zweiten Messung $2\theta = 23 - 30^\circ$ durchgeführt (Fitfunktion: Lorentz² (4 Reflexe)).

Tabelle 2: Kristallinität

Probe	Halbwertsbreite [$^{\circ}2\theta$] (Hauptpeak)
Beispiel 1	0,36
Beispiel 2	0,41
Beispiel 3	0,47
Beispiel 4	0,35
Beispiel 5	0,39
Beispiel 6	0,41
Beispiel 7	0,45
Beispiel 8	0,48
Beispiel 9	0,41
Beispiel 10	0,38
Beispiel 11	0,42
Beispiel 12	0,43
Beispiel 13	0,32
Beispiel 14	0,37

Viskosität einer Mill-base für Colorfilter-Anwendungen:

10 g Pigment bzw. Pigmentzubereitung aus den vorher beschriebenen Beispielen
5 werden in 73 g PGMEA (Propylenglykolmonomethyletheracetat) suspendiert, mit
17 g eines handelsüblichen, hochmolekularen Block-Copolymers und 250 g
Zirkonoxidperlen (0,3 mm) versetzt und für drei Stunden im Paintshaker Disperse
DAS 200 der Firma Lau GmbH, dispergiert.

Zur Bestimmung der Viskosität der Mill-Base wird ein Kegel-Platte Viskosimeter
10 Haake RS75 bei 20 °C verwendet.

Tabelle 3: Viskosität

Probe	Viskosität [mPa·s]
Beispiel 1	28
Beispiel 2	31
Beispiel 3	24
Beispiel 4	19
Beispiel 5	24
Beispiel 6	15
Beispiel 7	11
Beispiel 8	40
Beispiel 9	9
Beispiel 10	15
Beispiel 11	19
Beispiel 12	8
Beispiel 13	12
Beispiel 14	17
Vergleichsbeispiel A	96

Die beschriebenen Pigmentzubereitungen werden mit Hilfe eines Spincoaters (POLOS Wafer Spinner) auf Glasplatten (SCHOTT, Laser-geschnitten,

5 10 x 10 cm) aufgetragen. Aufgrund der niedrigen Viskositäten erhält man brillante, hochtransparente, rote Ausfärbungen mit geringer Schichtdicke (500 bis 1300 nm) und sehr gutem Kontrastwert (TSUBOSAKAELECTRIC CO.,LTD, Modell CT-1), die vom Farbton der nicht-additivierten Proben nur wenig abweichen.

10 Die Pigmentzubereitungen aus Beispielen 1 bis 14 sind aufgrund ihres hohen Kontrastwertes für Colorfilteranwendungen gut geeignet.

Anwendungsbeispiele für transparente Einbrenn-Lacke:

Zur Ermittlung der Farbstärke, der Buntheit ΔC und des Farbtons ΔH der Pigmentmischungen wurden die erhaltenen Pigmente in einem transparenten Alkyd-Melamin-Einbrennlacksystem vollständig dispergiert und ein Volltonlack erhalten. Anschließend wurde ein Aufhellungslack hergestellt, indem 6,0 g des Alkyd-Melamin-Volltonlacks mit 20,0 g eines 30%igen Weißlacks vermischt wurden.

Der erhaltene Aufhellungslack wurde zusammen mit der zu vergleichenden Probe nebeneinander auf eine weiße Pappkarte aufgezogen und nach 30 min Lufttrocknung für 30 min bei 140 °C eingebrannt. Die Farbstärke und ihre Messung ist definiert nach DIN EN ISO 787-26.

Die Farbstärken, Chroma (Farbreinheit) und der Farbton der in den vorstehenden Beispielen hergestellten Pigmente sind in der nachfolgenden Tabelle angegeben. Als Standard für die Farbstärke (100%), der Buntheit ΔC (Farbreinheit) ($\Delta C = 0$) und des Farbtons ΔH ($\Delta H = 0$) wurde das Pigment aus Vergleichsbeispiel A herangezogen.

Tabelle 4: Coloristik

Probe	Farbstärke	ΔC	ΔH
Beispiel 1	111 %	-1,17	-1,44
Beispiel 2	113 %	-1,68	-1,05
Beispiel 3	109 %	-0,9	-1,25
Beispiel 4	112 %	-1,44	-1,84
Beispiel 5	116 %	-0,63	-0,91
Beispiel 6	108 %	-0,25	-0,37
Beispiel 7	120 %	-1,58	0,12

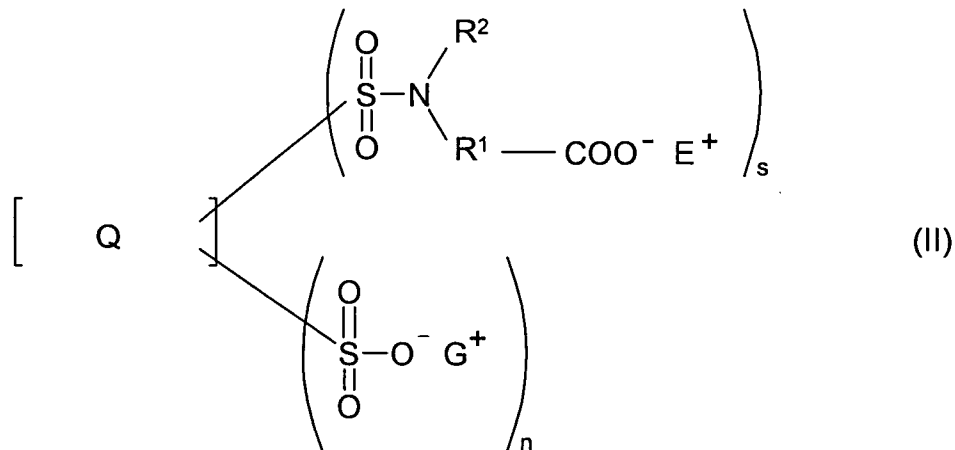
Probe	Farbstärke	ΔC	ΔH
Beispiel 8	121 %	-1,6	0,02
Beispiel 9	113 %	-1,04	-0,55
Beispiel 10	121 %	-1,01	-0,78
Beispiel 11	119 %	-0,89	-0,50
Beispiel 12	125 %	-0,13	0,22
Beispiel 13	108 %	-1,41	-0,02
Beispiel 14	111 %	-1,25	-0,19
Vergleichsbeispiel A	100 %	0,0	0,0

Für eine Mischung der Komponenten C. I. Pigment Red 254 und dem erfindungsgemäßen Pigmentdispergator in den beschriebenen Mengenverhältnissen wäre eine Abweichung von ΔH und ΔC jeweils größer als

5 2,0 bis 3,0 zu erwarten.

Patentansprüche:

- 1) Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt von C.I. Pigment Red 254 mit einer mittleren Teilchengröße d_{50} von 20 bis 100 nm, und einem
- 5 Pigmentdispersgator der Formel (II)



worin

- 10 Q ein Rest eines organischen Pigments aus der Gruppe C.I. Pigment Red 264 und C.I. Pigment Violet 19 ist;
- s eine Zahl von 1 bis 5 darstellt;
- n eine Zahl von 0 bis 4 darstellt; wobei die Summe von s und n 1 bis 5 beträgt;
- 15 R¹ einen bivalenten verzweigten oder unverzweigten, gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 C-Atomen, oder einen C₅-C₇-Cycloalkylenrest, oder einen bivalenten aromatischen Rest mit 1, 2 oder 3 aromatischen Ringen, wobei die Ringe kondensiert vorliegen oder durch eine Bindung verknüpft sein können, oder einen
- 20 bivalenten heterocyclischen Rest mit 1, 2 oder 3 Ringen, der 1, 2, 3 oder 4 Heteroatome aus der Gruppe O, N und S enthält, oder eine Kombination davon bedeutet; wobei die vorstehend genannten Kohlenwasserstoff-, Cycloalkyl-, Aromaten- und Heteroaromaten-Reste durch 1, 2, 3 oder
- 25 S-C₁-C₆-Alkyl, NHCONH₂, NHC(NH)NH₂, NHCO-C₁-C₆-Alkyl, C₁-C₆-Alkyl,

COOR²⁰, CONR²⁰R²¹, NR²⁰R²¹, SO₃R²⁰ oder SO₂-NR²⁰R²¹ substituiert sein können, wobei R²⁰ und R²¹ gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, Phenyl oder C₁-C₆-Alkyl bedeuten;

R² Wasserstoff, R¹ oder R¹-COO⁻E⁺ bedeutet;

5

E⁺ und G⁺ das Äquivalent M^{m+}/m eines Metallkations M^{m+} aus der 1. bis 5.

Hauptgruppe oder aus der 1. oder 2. oder der 4. bis 8. Nebengruppe des Periodensystems der chemischen Elemente bezeichnet, wobei m eine der Zahlen 1, 2 oder 3 ist; oder ein unsubstituiertes oder substituiertes Ammoniumion ist.

10

2) Pigmentzubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass s eine Zahl von 1 bis 3, und n eine Zahl von 0,2 bis 1,5, darstellt.

15

3) Pigmentzubereitung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass R¹ eine verzweigte oder unverzweigte C₁-C₁₀-Alkyl-Gruppe oder ein Phenylrest ist.

20

4) Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass R¹ Ethylen, Propylen oder Butylen bedeutet.

25

5) Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass R² Wasserstoff, Methyl oder Ethyl bedeutet.

30

6) Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Metallkation M^{m+} die Bedeutung Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺ oder Al³⁺ hat.

7) Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewichtsverhältnis von C.I. Pigment Red 254 zu Pigmentdispersant der Formel (II) zwischen (99,9 zu 0,1) und (80 zu 20) liegt.

- 8) Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewichtsverhältnis von C.I. Pigment Red 254 zu Pigmentdispersator der Formel (II) zwischen (95 zu 5) und (87 zu 13) liegt.
- 5 9) Verfahren zur Herstellung einer Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man C.I. Pigment Red 254 vor oder während einer Knetung, Nassmahlung, Trockenmahlung oder Finishbehandlung mit dem Pigmentdispersator der Formel (II) versetzt.
- 10 10) Verwendung einer Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8 zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien natürlicher oder synthetischer Herkunft.
- 15 11) Verwendung nach Anspruch 10 zum Pigmentieren von Kunststoffen, Harzen, Lacken, Anstrichfarben, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Tinten und Druckfarben.
- 12) Verwendung nach Anspruch 10 oder 11 zum Pigmentieren von Metall-Lacken, Farbfiltern und Ink Jet-Tinten.