(19) Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 039 783 A1** 2009.02.26

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2007 039 783.8**
(22) Anmeldetag: **23.08.2007**
(43) Offenlegungstag: **26.02.2009**

(51) Int Cl.[8]: ***C09D 17/00*** (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01)
C09D 11/02 (2006.01)
C09D 11/18 (2006.01)
C09D 13/00 (2006.01)
C11D 3/14 (2006.01)
C11D 3/40 (2006.01)
C08J 3/20 (2006.01)
B01F 17/52 (2006.01)
D01F 1/04 (2006.01)
D21H 27/00 (2006.01)
G03G 9/09 (2006.01)

(71) Anmelder:
Clariant International Ltd., Muttenz, CH

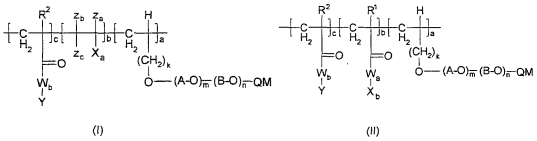
(74) Vertreter:
Mikulecky, K., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat., Pat.-Ass., 60326 Frankfurt

(72) Erfinder:
Fechner, Björn, Dr., 65817 Eppstein, DE; Schaefer, Carsten, Dr., 84453 Mühldorf, DE; Wörndle, Alexander, Dr., 60313 Frankfurt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

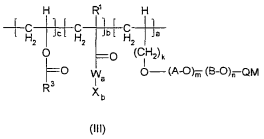
(54) Bezeichnung: **Wässrige Pigmentpräparationen mit anionischen Additiven auf Allyl- und Vinyletherbasis**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft wässrige Pigmentpräparation, enthaltend
(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,
(B) ein Dispergiermittel der Formel (I), (II), (III) oder (IV) oder Mischungen der Dispergiermittel der Formel (I), (II), (III) oder (IV),

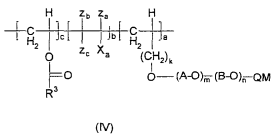


(I)

(II)



(III)



(IV)

(C) gegebenenfalls Benetzer,
(D) gegebenenfalls weitere Tenside und/oder Dispergiermittel,
(E) gegebenenfalls ein oder mehrere organische Lösemittel oder eine oder mehrere hydrotrope Substanzen,
(F) gegebenenfalls weitere zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen übliche Zusatzstoffe und
(G) Wasser.

Beschreibung

[0001] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen enthaftend neuartige anionische Polymere als Dispergiermittel, sowie ihre Verwendung zum Einfärben von natürlichen und synthetischen Materialien.

[0002] Für die Dispergierung von Pigmenten im flüssigen Medium sind üblicherweise Dispergiermittel notwendig. Von besonderer kommerzieller Bedeutung sind Dispergiermittel beispielsweise für die Dispergierung von Pigmenten bei der Herstellung von Pigmentkonzentraten, die zum Einfärben von Dispersions- und Lackfarben, Anstrichmitteln, Beschichtungsstoffen und Druckfarben verwendet werden, sowie zum Einfärben von Papier und Papierpulpe, Kartonagen und Textilien.

[0003] Im Stand der Technik sind auch Pigmentpräparationen beschrieben, die geordnete Polymerstrukturen enthalten. Beispiele dafür sind EP 1 293 523, DE 10 2005 012 315 und EP 1 721 941.

[0004] Die früher gebräuchlichen Novolakdispergiermittel enthalten als Folge ihrer Herstellung Reste von Alkylphenolen, häufig Nonylphenol, und deren Ethoxylaten. Da Alkylphenolethoxylate bzw. deren Abbauprodukte in der Umwelt kaum abgebaut werden, reichern sie sich an. Dies ist problematisch, da sie auf Wasserorganismen eine hormonelle Wirkung zeigen. Daher wurden in vielen Ländern Rechtsvorschriften erlassen (z. B. 2003/53/EC), die den Einsatz von Stoffen, die Alkylphenole bzw. ihre Ethoxylate enthalten, in offenen Stoffkreisläufen beschränken bzw. verbieten. Bisherige Untersuchungen haben gezeigt, dass es nach wie vor außerordentlich schwierig ist, Dispergiermittel zu synthetisieren, die anionischen Novolaksystemen in ihrer Performance äquivalent sind.

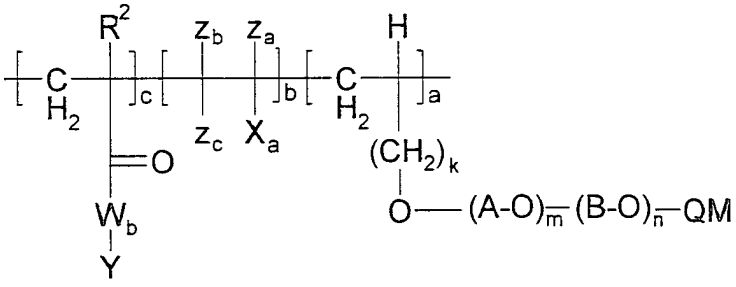
[0005] Gefordert sind demnach neue Dispergiermittel, die organische Pigmente in hoher Konzentration von über 40% niederviskos dispergieren können. Die Dispersionen müssen leicht herstellbar sein, d. h. die Pigmente müssen leicht benetzbar und leicht ins wässrige Medium einarbeitbar sein. Die Dispersion muss eine hohe und reproduzierbare Farbstärke aufweisen und diese über einen Zeitraum von mehreren Jahren stabil halten. Ebenfalls sollten alle weiteren coloristischen Parameter wie z. B. der Bunttonwinkel und die Reinheit reproduzierbar und stabil sein. Weiterhin muss die Dispersion über eine niedrige Viskosität verfügen; die Pigmente dürfen weder agglomerieren noch flockulieren, noch dürfen sie aufschwimmen oder sedimentieren. Die Dispersion sollte nicht schäumen bzw. keine Schaumbildung im Anwendungsmedium verursachen oder beschleunigen. Ferner sollten die Dispergiermittel zu einer breiten Verträglichkeit der Dispersionen in verschiedenen Anwendungsmedien beitragen. Zudem muss die Dispersion scherstabil sein, d. h. es darf sich unter Scherung nicht die Farbstärke oder Coloristik ändern und die Dispersion muss unter diesen Bedingungen flockulationsstabil bleiben.

[0006] Überraschenderweise wurde gefunden, dass spezielle anionische Copolymere, die mit Hilfe von Makromonomeren aus Polyethylen-/Polypropylenglykol-Monovinylethern oder -Allylethern hergestellt werden, diese Aufgabe erfüllen.

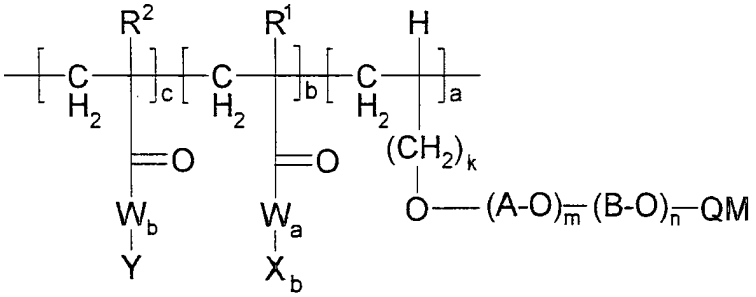
[0007] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen, enthaltend

(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,

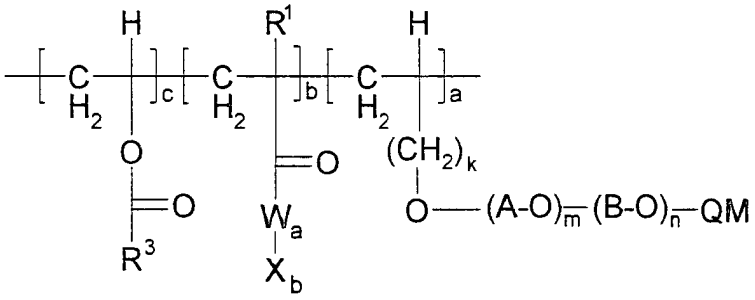
(B) ein Dispergiermittel der Formel (I), (II), (III) oder (IV) oder Mischungen der Dispergiermittel der Formeln (I), (II), (III) oder (IV)



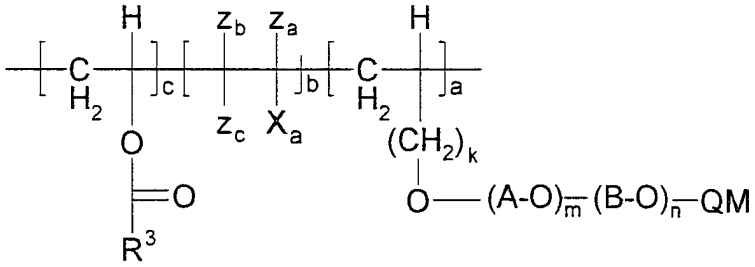
(I)



(II)



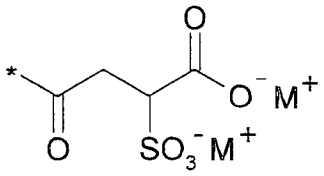
(III)



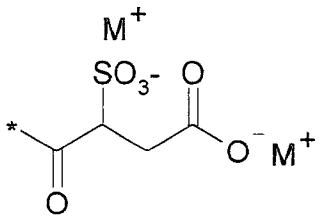
(IV)

wobei die Indices a, b und c den molaren Anteil des jeweiligen Monomeren angeben:
a = 0,01 bis 0,8, vorzugsweise 0,1 bis 0,7:
b = 0,001 bis 0,8, vorzugsweise 0,1 bis 0,6:
c = 0,001 bis 0,8, vorzugsweise 0,1 bis 0,6:
wobei die Summe aus a + b + c gleich 1 ist,
A für C_2- bis C_4-Alkylen und
B für ein von A unterschiedliches C_2- bis C_4-Alkylen steht,
k der Zahl 0 oder 1 entspricht,
m eine Zahl von 0 bis 500, vorzugsweise 0 bis 50, ist;
n eine Zahl von 0 bis 500, vorzugsweise 0 bis 50, ist,
wobei die Summe m + n gleich 1 bis 1000 ist;
X_a für einen aromatischen oder araliphatischen Rest mit 3 bis 30 C-Atomen steht, der gegebenenfalls eines oder mehrere der Heteroatome N, O und S enthält,
Z_a für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht,
Z_b für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht,
Z_c für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht;
R^1 für Wasserstoff oder Methyl steht,
X_b für einen aromatischen oder araliphatischen Rest mit 3 bis 30 C-Atomen steht, der gegebenenfalls eines

oder mehrere der Heteroatome N, O und S enthält,
W_a für Sauerstoff oder die Gruppe NH steht,
R^2 für Wasserstoff oder Methyl steht,
Y für einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 30 C-Atomen, vorzugsweise 6 bis 30, insbesondere 9 bis 20 C-Atomen, steht, der linear oder verzweigt, oder auch cyclisch sein kann, und die Heteroatome O, N und/oder S enthalten kann und auch ungesättigt sein kann,
W_b für Sauerstoff oder die Gruppe NH steht;
Q für SO_3, CH_2COO, PO_3M steht;
oder QM bedeutet:



oder



wobei
M für H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH_4^+, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, oder für Äquivalente von zwei-, drei- oder mehrwertigen Metallionen wie beispielsweise Ca^{2+} oder Al^{3+} (der Stern * gibt in der Markush-Formel an, dass an dieser Stelle eine Verknüpfung zum Polymer besteht) steht;
(C) gegebenenfalls Benetzer,
(D) gegebenenfalls weitere Tenside und/oder Dispergiermittel,
(E) gegebenenfalls ein oder mehrere organische Lösemittel und/oder eine oder mehrere hydrotrope Substanzen,
(F) gegebenenfalls weitere zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen übliche Zusatzstoffe, und
(G) Wasser.

[0008] Bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten 5 bis 80 Gew.-%, beispielsweise 10 bis 70 Gew.-%, an Komponente (A). Bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten 0,1 bis 30 Gew.-%, beispielsweise 2 bis 15 Gew.-%, an Komponente (B).

[0009] Besonders bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten an Komponente
(A) 5 bis 80 Gew.-%, beispielsweise 10 bis 70 Gew.-%,
(B) 0,1 bis 30 Gew.-%, beispielsweise 2 bis 15 Gew.-%,
(C) 0 bis 10 Gew.-%, beispielsweise 0,1 bis 5 Gew.-%,
(D) 0 bis 20 Gew.-%, beispielsweise 1 bis 10 Gew.-%,
(E) 0 bis 30 Gew.-%, beispielsweise 5 bis 20 Gew.-%,
(F) 0 bis 20 Gew.-%, beispielsweise 0,1 bis 5 Gew.-%,
(G) 1 bis 90 Gew.-% Wasser, beispielsweise 10 bis 70 Gew.-%,

jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (100 Gew.-%) der Pigmentpräparation.

[0010] Im Falle dass eine oder mehrere der Komponenten (C), (D), (E) und (F) vorhanden sind, beträgt deren Minimalkonzentration unabhängig voneinander zweckmäßigerweise mindestens 0,01 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

[0011] Die Komponente (A) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation ist ein feinteiliges organisches oder anorganisches Pigment oder ein Gemisch verschiedener organischer und/oder anorganischer Pigmente. Die Komponente (A) kann auch ein Farbstoff sein, der in bestimmten Lösemitteln löslich ist und in anderen Lösemitteln Pigmentcharakter hat. Die Pigmente können sowohl in Form trockenen Pulvers als auch als wasserfeuchter Presskuchen eingesetzt werden.

[0012] Als organische Pigmente kommen Monoazo-, Disazo-, verlackte Azo-, β-Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigmente und polycyclische Pigmente wie z. B. Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthanthron-, Anthrachinon-, Flavanthron-, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolinon-, Isoindolin- und Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder Ruße in Betracht.

[0013] Von den genannten organischen Pigmenten sind diejenigen besonders geeignet, die für die Herstellung der Präparationen möglichst feinteilig sind, wobei bevorzugt 95% und besonders bevorzugt 99% der Pigmentpartikel eine Teilchengröße ≤ 500 nm besitzen.

[0014] Als beispielhafte Auswahl besonders bevorzugter organischer Pigmente sind dabei Rußpigmente, wie z. B. Gas- oder Furnaceruße; Monoazo- und Disazopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214, Pigment Yellow 219, Pigment Red 38, Pigment Red 144, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 262, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34 oder Pigment Brown 41; β-Naphthol- und Naphthol AS-Pigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 53:1, Pigment Red 112, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 170, Pigment Red 184, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 210, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 256, Pigment Orange 5, Pigment Orange 38 oder Pigment Brown 1; verlackte Azo- und Metallkomplexpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 57:1, Pigment Red 257, Pigment Orange 68 oder Pigment Orange 70; Benzimidazolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 194, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 185, Pigment Red 208, Pigment Violet 32, Pigment Orange 36, Pigment Orange 62, Pigment Orange 72 oder Pigment Brown 25; Isoindolinon- und Isoindolinpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 139 oder Pigment Yellow 173; Phthalocyaninpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Blue 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Green 7 oder Pigment Green 36; Anthanthron-, Anthrachinon-, Chinacridon-, Dioxazin-, Indanthron-, Perylen-, Perinon- und Thioindigopigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 196, Pigment Red 122, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 207, Pigment Red 209, Pigment Red 263, Pigment Blue 60, Pigment Violet 19, Pigment Violet 23 oder Pigment Orange 43; Triarylcarboniumpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 169, Pigment Blue 56 oder Pigment Blue 61; Diketopyrrolopyrrolpigmente, insbesondere die Colour Index Pigmente Pigment Red 254, Pigment Red 255, Pigment Red 264, Pigment Red 270, Pigment Red 272, Pigment Orange 71, Pigment Orange 73, Pigment Orange 81, zu nennen. Ferner eignen sich verlackte Farbstoffe wie Ca-, Mg-, Al-Lacke von sulfonsäure- und/oder carbonsäuregruppenhaltigen Farbstoffen.

[0015] Geeignete anorganische Pigmente sind beispielsweise Titandioxide, Zinksulfide, Zinkoxide, Eisenoxide, Magnetite, Manganeisenoxide, Chromoxide, Ultramarin, Nickel- oder Chromantimontitanoxide, Mangantitanrutile, Cobaltoxide, Mischoxide des Cobalts und Aluminiums, Rutilmischphasenpigmente, Sulfide der seltenen Erden, Spinelle des Cobalts mit Nickel und Zink, Spinelle basierend auf Eisen und Chrom mit Kupfer Zink sowie Mangan, Bismutvanadate sowie Verschnittpigmente. insbesondere werden die Colour Index Pigmente Pigment Yellow 184, Pigment Yellow 53, Pigment Yellow 42, Pigment Yellow Brown 24, Pigment Red 101, Pigment Blue 28, Pigment Blue 36, Pigment Green 50, Pigment Green 17, Pigment Black 11, Pigment Black 33 sowie Pigment White 6 verwendet. Bevorzugt werden auch häufig Mischungen anorganischer Pigmente verwendet. Mischungen von organischen mit anorganischen Pigmenten werden ebenfalls häufig verwendet.

[0016] Anstelle von Pigmentdispersionen lassen sich auch Dispersionen herstellen, die als Feststoffe beispielsweise natürliche feinteilige Erze, Mineralien, schwer- oder unlösliche Salze, Wachs- oder Kunststoffteilchen, Farbstoffe, Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel, UV-Absorber, optische Aufheller und Polymerisationsstabilisatoren enthalten.

[0017] Die Copolymere (Komponente B) besitzen ein Molekulargewicht von 10^3 g/mol bis 10^9 g/mol, besonders bevorzugt von 10^3 bis 10^7 g/mol, insbesondere bevorzugt 10^3 bis 10^5 g/mol. Diese Polymere können durch radikalische Polymerisation von Monomeren entsprechend den in den Klammern $[]_c$, $[]_b$ und $[]_a$ beschriebenen Resten in Formel (I), (II), (III) oder (IV) hergestellt werden. Im Anschluss an die Polymerisation wird das so erhaltene nichtionische Polymer zu anionischen Funktionalitäten umgesetzt. Das Herstellungsverfahren ist in der noch unveröffentlichten deutschen Patentanmeldung AZ ... beschrieben.

[0018] Bevorzugte Monomere der Gruppe $[]_a$ sind solche, worin A Ethylen und B Propylen, oder A Propylen und B Ethylen bedeuten.

[0019] Die Alkylenoxideinheiten $(A\text{-}O)_m$ und $(B\text{-}O)_n$ können entweder statistisch oder wie im Falle einer bevorzugten Ausführungsform blockartig angeordnet vorliegen.

[0020] Die Summe der Alkylenoxideinheiten kann prinzipiell n + m = 1 bis 1000 sein, bevorzugt ist 1 bis 500, insbesondere 2 bis 100, besonders bevorzugt 5 bis 100.

[0021] Zu den Monomeren der Gruppe $[]_b$ gehören beispielsweise die folgenden Ester und Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Phenyl, Benzyl, Tolyl, 2-Phenoxyethyl, Phenethyl.

[0022] Weitere Monomere der Gruppe $[]_b$ sind vinylaromatische Monomere wie Styrol und seine Derivate wie beispielsweise Vinyltoluol, alpha-Methylstyrol. Bei der aromatischen Einheit kann es sich auch um Heteroaromaten handeln, wie z. B. in 1-Vinylimidazol.

[0023] Besonders bevorzugte Monomere der Gruppe $[]_b$ können sein: Styrol, 1-Vinylimidazol, Benzylmethacrylat, 2-Phenoxyethylmethacrylat und Phenethylmethacrylat.

[0024] Zu den Monomeren der Gruppe $[]_c$ gehören beispielsweise die folgenden Ester und Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, Isobutyl-, t-Butyl-, Pentyl-, Hexyl-, 2-Ethylhexyl-, 3,3-Dimethylbutyl-, Heptyl-, Octyl-, Isooctyl-, Nonyl-, Lauryl-, Cetyl-, Stearyl-, Behenyl-, Cyclohexyl-, Trimethylcyclohexyl-, t-Butylcyclohexyl-, Bornyl-, Isobornyl-, Adamantyl-, (2,2-Dimethyl-1-methyl)propyl-, Cyclopentyl-, 4-Ethyl-cyclohexyl-, 2-Ethoxyethyl-, Tetrahydrofurfuryl- und Tetrahydropyranyl.

[0025] Des weiteren gehören zu den Monomeren der Gruppe $[]_c$ die Vinylester der Carbonsäuren, wie beispielsweise Laurinsäurevinylester, Myristinsäurevinylester, Stearinsäurevinylester, Behensäure-, Pivalinsäure-, Neohexansäure-, Neoheptansäure-, Neooctansäure-, Neononansäure- und Neodecansäurevinylester.

[0026] Hierbei können ebenfalls die Vinylester aus Gemischen derartiger Carbonsäuren eingesetzt werden.

[0027] Bevorzugte Monomere der Gruppe $[]_c$ sind die folgenden Alkyl-Ester bzw. Alkyl-Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, Isobutyl-, 2-Ethoxyethyl-, Myristyl-, Octadecyl-, besonders bevorzugt 2-Ethylhexyl- und Lauryl-.

[0028] Als Komponente (C) werden meist kationische, anionische, amphotere oder nicht ionogene Verbindungen verwendet, die die Pigmentbenetzung fördern (Netzmittel, Benetzer), beispielsweise Alkylsulfate wie z. B. Laurylsulfat, Alkylbenzolsulfonsäure, kurzkettige Alkoxylierungsprodukte wie z. B. Laurylalkohol umgesetzt mit etwa 5 Mol Ethylenoxid oder Alkindiole.

[0029] Als Komponente (D) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen dienen übliche, zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen geeignete Dispergiermittel und Tenside oder Gemische solcher Substanzen. Üblicherweise werden anionische, kationische, amphotere oder nichtionische grenzflächenaktive Verbindungen verwendet, wie sie in der noch unveröffentlichten deutschen Patentanmeldung AZ 102007021870.4 beschrieben sind.

[0030] Der Komponente (E) entsprechen organische Lösemittel oder wasserlösliche hydrotrope Substanzen. Hydrotrope Verbindungen, die gegebenenfalls auch als Lösemittel dienen, oder oligomerer oder polymerer Natur sind, sind beispielsweise Formamid, Harnstoff, Tetramethylharnstoff, ε-Caprolactam, Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol, α-Methyl-ω-hydroxy-polyethylenglykolether, Dimethylpolyethylenglykolether, Dipropylenglykol, Polypropylenglykol, Dimethylpolypropylenglykolether, Copolymere aus Ethylen- und Propylenglykol, Butylglykol, Methylcellulose, Glycerin, Diglycerin, Polyglycerin, N-Methylpyrrolidon, 1,3-Diethyl-2-imidazolidinon, Thiodiglykol, Natrium-Benzolsulfonat, Natrium-Xylolsulfonat, Natrium-Toluolsulfonat, Natrium-Cumolsulfonat, Natrium-Dodecylsulfonat, Natrium-Benzoat, Natrium-Salicylat, Natrium-Butylmonoglykolsulfat, Cellulosederivate, Gelatinederivate, Polyvinylpyrrolidon, Polyvinylalkohol, Polyvinylimidazol und Co- und Terpolymere aus Vinylpyrrolidon, Vinylacetat und Vinylimidazol, wobei anschließend die Polymere mit Vinylacetatbausteinen einer Verseifung zum Vinylalkohol unterzogen werden können.

[0031] Als Komponente (F) werden beispielsweise Verdicker, Konservierungsmittel, Viskositätsstabilisatoren, Mahlhilfsmittel und Füllstoffe eingesetzt. Weitere übliche Zusatzstoffe können Antiabsetzmittel, Lichtschutzmittel, Antioxidantien, Entgaser/Entschäumer, schaumreduzierende Mittel sein, Antibackmittel sowie Additive, weiche die Viskosität und Rheologie günstig beeinflussen. Als Mittel zur Regulierung der Viskosität kommen z. B. Polyvinylalkohol und Cellulosederivate infrage. Wasserlösliche natürliche oder künstliche Harze sowie

Polymere als Filmbildner bzw. Bindemittel zur Erhöhung von Haft- und Abriebfestigkeit kommen ebenso in Betracht. Als pH-Regulatoren kommen organische oder anorganische Basen und Säuren zum Einsatz. Bevorzugte organische Basen sind Amine, wie z. B. Ethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, N,N-Dimethylethanolamin, Diisopropylamin, Aminomethylpropanol oder Dimethylaminomethylpropanol. Bevorzugte anorganische Basen sind Natrium-, Kalium-, Lithiumhydroxid oder Ammoniak. Der Komponente (F) können auch Fette und Öle pflanzlicher und tierischer Herkunft entsprechen, beispielsweise Rindertalg, Palmkernfett, Kokosfett, Rapsöl, Sonnenblumenöl, Leinöl, Palmöl, Sojaöl, Erdnussöl und Walöl, Baumwollsaatöl, Maisöl, Mohnöl, Olivenöl, Rizinusöl, Rüböl, Safloröl, Sojabohnenöl, Distelöl, Sonnenblumenöl, Heringöl, Sardinenöl. Auch sind die gesättigten und ungesättigten höheren Fettsäuren gängige Additive, z. B. Palmitinsäure, Cyprylsäure, Caprinsäure, Myristinsäure, Laurinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure, Capronsäure, Caprylsäure, Arachinsäure, Behensäure, Palmitoleinsäure, Gadoleinsäure, Erucasäure und Ricinolsäure, sowie deren Salze.

[0032] Zur Herstellung der Pigmentpräparationen benutztes Wasser, Komponente (G), wird vorzugsweise in Form von entsalztem oder destilliertem Wasser eingesetzt. Auch Trinkwasser (Leitungswasser) und/oder Wasser natürlichen Ursprungs kann verwendet werden.

[0033] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Komponente (A) in Form von Pulver, Granulat oder wässrigem Presskuchen in Gegenwart von Wasser (G) sowie den Komponenten (B) und gegebenenfalls (C) und (D) dispergiert, anschließend gegebenenfalls Wasser (G), sowie gegebenenfalls eine oder mehrere der Komponenten (E) und (F) zumischt und gegebenenfalls die erhaltene wässrige Pigmentdispersion mit Wasser (G) verdünnt. Vorzugsweise werden die Komponenten (B) und gegebenenfalls eine oder mehrere der Komponenten (C), (D), (E) und (F) zunächst vermischt und homogenisiert, dann die Komponente (A) in die vorgelegte Mischung eingerührt, wobei die Komponente (A) angeteigt und vordispergiert wird. Je nach Kornhärte der Komponente (A) wird anschließend gegebenenfalls unter Kühlung mit Hilfe eines Mahl- oder Dispergieraggregats feindispergiert oder feinverteilt. Dazu können Rührwerke, Dissolver (Sägezahnrührer), Rotor-Stator-Mühlen, Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen wie Sand- und Perlmühlen, Schnellmischer, Knetapparaturen, Walzenstühle oder Hochleistungsperlmühlen verwendet werden. Die Feindispergierung bzw. Mahlung der Komponente (A) erfolgt bis zur gewünschten Teilchengrößenverteilung und kann bei Temperaturen im Bereich von 0 bis 100°C erfolgen, zweckmäßig bei einer Temperatur zwischen 10 und 70°C, vorzugsweise bei 20 bis 60°C. Im Anschluss an die Feindispergierung kann die Pigmentpräparation mit Wasser (G), vorzugsweise entionisiertem oder destilliertem Wasser, weiter verdünnt werden.

[0034] Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eignen sich zum Pigmentieren und Färben von natürlichen und synthetischen Materialien aller Art, insbesondere von wässrigen Anstrichmitteln, Dispersions- und Lackfarben (Dispersionslacken), zur Papiermassefärbung und zur Laminatherstellung und -einfärbung.

[0035] Ferner eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zur Einfärbung makromolekularer Materialien aller Art, z. B. von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien und bevorzugt Cellulosefasern. Weitere Anwendungen sind die Herstellung von Druckfarben, hierbei beispielsweise Textildruck-, Flexodruck-, Dekordruck- oder Tiefdruckfarben, Tapetenfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbungen, Lacken, auch Pulverlacken, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemittel, Glas, insbesondere Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Beton, Holzbeizen, Buntstiftminen, Faserschreiber, Wachse, Paraffine, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmittel, Schuhpflegemittel, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen bzw. hochmolekularen Materialien aller Art. Hochmolekulare organische Materialien sind beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z. B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester, Gummi, Casein, Latices, Silikon, Silikonharze, einzeln oder in Mischung.

[0036] Weiterhin eignen sich die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zur Herstellung von Drucktinten für den Einsatz in allen konventionellen Ink-Jet-Druckern, insbesondere für solche, die auf dem Rubble-Jet- oder Piezo-Verfahren beruhen. Mit diesen Drucktinten können Papier bedruckt werden, sowie natürliche oder synthetische Fasermaterialien, Folien und Kunststoffe. Zudem können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen zum Bedrucken verschiedenster Arten von beschichteten oder unbeschichteten Substratmaterialien verwendet werden, so z. B. zum Bedrucken von Pappe, Karton, Holz und Holzwerkstoffen, metallischen Materialien, Halbleitermaterialien, keramischen Materialien, Gläsern, Glas- und Keramikfasern, anorganischen

Werkstoffen, Beton, Leder, Lebensmitteln, Kosmetika, Haut und Haaren. Das Substratmaterial kann dabei zweidimensional eben oder räumlich ausgedehnt, d. h. dreidimensional gestaltet sein und sowohl vollständig oder nur teilweise bedruckt oder beschichtet werden.

[0037] Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen sind außerdem geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z. B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertonern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Latextoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner.

[0038] Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen als Farbmittel in Tinten, vorzugsweise Ink-Jet Tinten, wie z. B. auf wässriger oder nichtwässriger Basis ("Solvent Based"), Mikroemulsionstinten, UV-härtbare Tinten sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-Melt-Verfahren funktionieren, geeignet.

[0039] Außerdem können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen auch als Farbmittel für Farbfilter („Color Filter") für „Fiat Panel Displays", sowohl für die additive wie für die subtraktive Farberzeugung, ferner für „Photo-Resists", sowie als Farbmittel für elektronische Tinten („Electronic Inks" bzw. „e-inks") oder elektronisches Papier („Electronic Paper" bzw. „e-paper") eingesetzt werden.

Beispiele

Herstellung der Dispergiermittel (B):

Synthesevorschrift 1:

Allgemeine Polymerisationsvorschrift:

[0040] In einem Kolben mit Rührer, Rückflusskühler, Innenthermometer und Stickstoffeinleitung wurde das Monomer A, Monomer C und ggf. der Molekulargewichtsregler in Lösungsmittel unter Stickstoffeinleitung vorgelegt. Dann wurde die Temperatur unter Rühren auf 80°C gebracht und innerhalb einer Stunde eine Lösung des Initiators zudosiert. Gleichzeitig wurde mit dem Dosieren von Monomer B begonnen, das nach 3 Stunden abgeschlossen wurde. Im Anschluss wurde noch für 2 Stunden bei dieser Temperatur weitergerührt, dann das Lösemittel im Vakuum entfernt.

Synthesevorschrift 2:

Allgemeine Polymerisationsvorschrift:

[0041] In einem Kolben mit Rührer, Rückflusskühler, Innenthermometer und Stickstoffeinleitung wurde das Monomer A, Monomer C und ggf. der Molekulargewichtsregler und Komponente 1 (Ascorbinsäure) des Redoxinitiatorsystems in Lösungsmittel unter Stickstoffeinleitung vorgelegt. Dann wurde die Temperatur unter Rühren auf 80°C gebracht und innerhalb von drei Stunden eine Lösung der Komponente 2 (t-BuOOH) des Redoxinitiatorsystems zudosiert. Gleichzeitig wurde mit dem Dosieren von Monomer B begonnen, das nach 3 Stunden abgeschlossen wurde. Im Anschluss wurde noch für 2 Stunden bei dieser Temperatur weitergerührt, dann das Lösemittel im Vakuum entfernt.

Synthesevorschrift 3:

[0042] Allgemeine Synthesevorschrift zur Umsetzung der nach Synthesevorschrift 1 oder 2 erhaltenen Polymere zu anionischen Copolymeren mit Ethersulfat-Gruppen an den Seitenketten: Das Copolymer wurde unter Stickstoff in einem Kolben mit Amidosulfonsäure und Harnstoff vorgelegt. Dann wurde unter Rühren für 4 Stunden auf 100°C erwärmt. Anschließend wurde mit 50 gew.-%iger Natronlauge der pH-Wert auf 6,5 bis 7,5 eingestellt. Über NMR-Spektroskopie konnte ein Umsetzungsgrad von > 95% zum entsprechenden Schwefelsäureester-Ammoniumsalz ermittelt werden.

Synthesevorschrift 4:

Allgemeine Synthesevorschrift zur Umsetzung der nach Synthesevorschrift 1 oder 2 erhaltenen Polymere zu anionischen Copolymeren mit Sulfosuccinat-Gruppen an den Seitenketten:

[0043] Das Copolymer wurde unter Stickstoff in einem Kolben vorgelegt. Dann wurde Maleinsäureanhydrid

und Natriumhydroxid zugegeben und unter Rühren auf eine Temperatur von 75 bis 85°C aufgeheizt. Bei dieser Temperatur wurde drei Stunden lang gerührt und anschließend wässrige Natriumsulfitlösung (10 gew.-%ig) zudosiert. Bei 60 bis 70°C wurde bis zur Vollendung der Reaktion gerührt und schließlich der pH-Wert mit 50 gew.-%iger Natronlauge auf pH 7 eingestellt.

[0044] Die folgenden drei Tabellen enthalten zweistufige Synthesebeispiele, bei denen das Polymer zunächst nach Synthesevorschrift 1 oder 2 und dann das anionische Derivat des Polymers nach Synthesevorschrift 3 oder 4 hergestellt wird.
AMBN = 2,2'-Azobis(2-methylbutyronitril).

	Tabelle 1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Monomer C	2-Ethylhexylmethacrylat	136,4 g									
	Laurylmethacrylat			175,0 g							
	Stearylmethacrylat					232,8 g					
	Isobornylmethacrylat							152,9 g			
	Tetrahydrofurfurylmethacrylat									117,1 g	
	Neononansäurevinylester				78,3 g						78,3 g
	Neodecansäurevinylester		84,3 g						84,3 g		
	Neoundecansäurevinylester						90,3 g				
Monomer B	1-Vinylimidazol					64,7 g		64,7 g			
	Styrol	71,6 g	41,6 g		41,6 g						41,6 g
	Benzylmethacrylat						70,4 g		70,4 g		
	Phenethylmethacrylat			130,8 g							
	2-Phenoxyethylmethacrylat									141,8 g	
Monomer A	Polyglykol 1		300,0 g		300,0 g		300,0 g				300,0 g
	Polyglykol 2	378,4 g		378,4 g		378,4 g				378,4 g	
	Polyglykol 3							688 g			
	Polyglykol 4								3000 g		
Initiator	AMBN	16,5 g	13,4 g		13,4 g	16,5 g	13,4 g	16,5 g	13,4 g		
	Dibenzoylperoxid			20,8 g							
	Ascorbinsäure/t-BuOOH									17,51 g / 7,73 g	17,51 g / 7,73 g
Regler	Dodecanthiol	16,5 g		16,5 g		16,5 g		16,5 g		16,5 g	13,4 g
	Ethylmercaptan				4,2 g						
Lösemittel	Methylethylketon	660 g	660 g			660 g			660 g	660 g	660 g
	Methylisobutylketon			660 g	660 g						
	Isopropanol						660 g	660 g			
	Polymerisation nach Synthesevorschrift	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
	M_w des erhaltenen Polymers	14000	18500	10300	9000	12800	17900	15400	26200	11000	8800
	Derivatisierung des Polymers nach Synthesevorschrift	3	3	4	4	3	4	3	3	4	4
	Amidosulfonsäure	32,7 g	51,9 g			32,7 g		49,1 g	47,6 g		
	Harnstoff	1,03 g	1,63 g			1,03 g		1,55 g	1,50 g		
	Maleinsäureanhydrid			33,7 g	53,5 g		53,5 g			33,7 g	53,5 g
	NaOH			1,10 g	1,75 g		1,75 g			1,10 g	1,75 g
	Natriumsulfitösung (10%ig in Wasser)			433 g	687 g		687 g			433 g	687 g

	Tabelle 2	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Monomer C	2-Ethylhexylmethacrylat	136,4 g									
	Laurylmethacrylat			175,0 g							
	Stearylmethacrylat					232,8 g					
	Isobornylmethacrylat							152,9 g			
	Tetrahydrofurfurylmethacrylat									117,1 g	
	Neononansäurevinylester				78,3 g						78,3 g
	Neodecansäurevinylester		84,3 g						84,3 g		
	Neoundecansäurevinylester						90,3 g				
Monomer B	1-Vinylimidazol					64,7 g		64,7 g			
	Styrol	71,6 g	41,6 g		41,6 g						41,6 g
	Benzylmethacrylat						70,4 g		70,4 g		
	Phenethylmethacrylat			130,8 g							
	2-Phenoxyethylmethacrylat									141,8 g	
Monomer A	Polyglykol 5						210 g				
	Polyglykol 6		300,0 g		300,0 g				300,0 g		300 g
	Polyglykol 7	378,4 g		378,4 g		378,4 g		378,4 g		378,4 g	
Initiator	AMBN	16,5 g	13,4 g		13,4 g	16,5 g	13,4 g		13,4 g		
	Dibenzoylperoxid			20,8 g				20,8 g			
	Ascorbinsäure/tBuOOH									17,51 g / 7,73 g	17,51 g / 7,73 g
Regler	Dodecanthiol		13,4 g	16,5 g			13,4 g	16,5 g			13,4 g
	Ethylmercaptan				4,2 g				4,2 g		
Lösemittel	Methylethylketon	660 g	660 g			660 g	660 g			660 g	660 g
	Methylisobutylketon			660 g	660 g						
	Isopropanol							660 g	660 g		
	Nach Synthesevorschrift	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
	M_w des erhaltenen Polymers	16200	7500	6100	8200	14600	7000	15000	8900	14700	9200
	Derivatisierung des Polymers nach Synthesevorschrift	4	4	4	3	3	4	4	3	3	3
	Amidosulfonsäure				57,1 g	36,0 g			57,1 g	36,0 g	57,1 g
	Harnstoff				1,80 g	1,14 g			1,80 g	1,14 g	1,80 g
	Maleinsäureanhydrid	37,1 g	58,8 g	37,1 g			58,8 g	37,1 g			
	NaOH	1,21 g	1,92 g	1,21 g			1,92 g	1,21 g			
	Natriumsulfitösung (10%ig in Wasser)	476 g	756 g	476 g			756 g	476 g			

	Tabelle 3	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Monomer C	2-Ethylhexylmethacrylat	136,4 g									
	Laurylmethacrylat			175,0 g							
	Stearylmethacrylat					232,8 g					
	Isobornylmethacrylat							152,9 g			
	Tetrahydrofurfurylmethacrylat									117,1 g	
	Neononansäurevinylester				78,3 g						
	Neodecansäurevinylester		84,3 g						84,3 g		78,3 g
	Neoundecansäurevinylester						90,3 g				
Monomer B	1-Vinylimidazol					64,7 g		64,7 g			
	Styrol	71,6 g	41,6 g		41,6 g						41,6 g
	Benzylmethacrylat						70,4 g		70,4 g		
	Phenethylmethacrylat			130,8 g							
	2-Phenoxyethylmethacrylat									141,8 g	
Monomer A	Polyglykol 8		300,0 g			300,0 g			300,0 g		
	Polyglykol 9	429 g			429 g					429 g	
	Polyglykol 10			876 g				876 g			
	Polyglykol 11						1224 g				1224 g
Initiator	AMBN	16,5 g	13,4 g		13,4 g	16,5 g	13,4 g		13,4 g		
	Dibenzoylperoxid			20,8 g				20,8g			
	Ascorbinsäure/t-BuOOH									17,51g / 7,73 g	17,51 g / 7,73 g
Regler	Dodecanthiol	16,5 g	13,4 g			16,5 g				16,5 g	
	Ethylmercaptan				4,2 g				4,2 g		
Lösemittel	Methylethylketon	660 g	660 g			660 g	660 g				
	Methylisobutylketon			660 g	660 g			660 g	660 g		
	Isopropanol									660 g	660 g
	Nach Synthesevorschrift	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
	M_w des erhaltenen Polymers	8400	7900	13900	9000	8100	26200	15000	8600	8900	24800
	Derivatisierung des Polymers nach Synthesevorschrift	3	4	4	3	3	4	3	3	4	4
	Amidosulfonsäure	54,4 g			54,4 g	57,1 g		55,6 g	57,1 g		
	Harnstoff	1,72 g			1,72 g	1,80 g		1,76 g	1,80 g		
	Maleinsäureanhydrid		58,8 g	57,3 g			57,2 g			56,1 g	57,2 g
	NaOH		1,92 g	1,87 g			1,87 g			1,83 g	1,87 g
	Natriumsulfitösung (10%ig in Wasser)		756 g	736 g			734 g			720 g	734 g

[0045] Monomer A aus Tabelle 1–3:
Polyglykol 1 Polyalkylenglykolmonovinylether (Formel (I), k = 0, n = 0, m = 11,5; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 550 g/mol
Polyglykol 2 Polyalkylenglykolmonovinylether (Formel (I), k = 0, n = 0, m = 24; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 1100 g/mol
Polyglykol 3 Polyalkylenglykolmonovinylether (Formel (I), k = 0, n = 0, m = 44,5; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 2000 g/mol

Polyglykol 4 Polyalkylenglykolmonovinylether (Formel (I), k = 0, n = 0, m = 135,4; (A-O) entspracht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 6000 g/mol
Polyglykol 5 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, n = 0, m = 6,6; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 350 g/mol
Polyglykol 6 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, n = 0, m = 10; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 500 g/mol
Polyglykol 7 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, n = 0, m = 21,4; (A-O) entspricht (CH_2CH_2O)), Molmasse ca. 1000 g/mol
Polyglykol 8 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, Verhältnis Ethylenoxid/Propylenoxid 6:4 (statistisch polymerisiert), Molmasse ca. 500 g/mol
Polyglykol 9 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, Verhältnis Ethylenoxid (B-O)/Propylenoxid (A-O) 11:4 (Blockcopolymer), Molmasse ca. 750 g/mol
Polyglykol 10 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, Verhältnis Ethylenoxid (B-O)/Propylenoxid (A-O) 20:10 (Blockcopolymer), Molmasse ca. 1500 g/mol
Polyglykol 11 Polyalkylenglykolmonoallylether (Formel (I), k = 1, Verhältnis Ethylenoxid/Propylenoxid 20:20 (statistisch polymerisiert), Molmasse ca. 2100 g/mol

Herstellung einer Pigmentpräparation:

[0046] Das Pigment wurde, entweder als Pulver, Granulat oder als Presskuchen, zusammen mit den Dispergiermitteln und den anderen Zusätzen in entionisiertem Wasser angeteigt und dann mit einem Dissolver (z. B. von der Firma VMA-Getzmann GmbH, Type AE3-M1) oder einer anderen geeigneten Apparatur homogenisiert und vordispergiert. Die anschließende Feindispergierung erfolgte mit Hilfe einer Perlmühle (z. B. mit AE3-M1 von VMA-Getzmann) oder einem anderen geeigneten Dispergieraggregat, wobei die Mahlung mit Siliquarzitperlen oder Zirkonmischoxidperlen der Größe d = 1 mm unter Kühlung bis zur gewünschten Farbstärke und Coloristik erfolgte. Im Anschluss wurde die Dispersion mit entionisiertem Wasser auf die gewünschte Pigmentendkonzentration eingestellt, die Mahlkörper abgetrennt und die Pigmentpräparation isoliert.

Beurteilung einer Pigmentpräparation:

[0047] Die Bestimmung der Farbstärke und des Farbtons erfolgte nach DIN 55986. Für den „Rub-Out-Test" wurde die Dispersionsfarbe nach Mischen mit der Pigmentdispersion auf eine Lackkarte aufgetragen. Anschließend wurde mit dem Finger auf dem unteren Teil der Lackkarte nachgerieben. Unverträglichkeit lag vor, wenn die nachgeriebene Fläche dann kräftiger gefärbt ist als die angrenzende, nicht nachbehandelte Fläche (der „Rub-Out-Test" wird in DE 2 638 946 beschrieben). Die Farbstärke und die Verträglichkeiten mit dem einzufärbenden Medium wurde mit einer Dispersionsfarbe für Außenanstriche ermittelt (Wasserbasis, 20% TiO_2).

[0048] Ferner wurde die Coloristik einer Papiermasseeinfärbung beurteilt. Hierzu wurde eine Zellstoffsuspension 10%-ig mit der Pigmentpräparation eingefärbt, daraus durch Trocknung und Verpressen ein festes Papier hergestellt und im folgenden Farbstärke und Farbton ermittelt.

[0049] Zur Bestimmung des Schaumvermögens wurden die mit Wasser auf 2% verdünnten Dispersionen mittels einer Schlauchpumpe mit hoher Fließgeschwindigkeit kontinuierlich in einen Glaszylinder gespritzt und die Höhe des entstehenden Schaums beurteilt.

[0050] Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen wurde ermittelt, indem mit Hilfe kationischer Epichlorhydrinharze die Pigmentteilchen der Dispersion in einer Zellstoffsuspension geflockt wurden. Die Scherung wurde mit Hilfe eines handelsüblichen Küchenmixers (hier Braun MX 32) unter Einstellung einer hohen Rotationsgeschwindigkeit durchgeführt. Nachfolgend wurde aus der Pulpe Papier hergestellt und die Farbstärke einer gescherten zu einer ungescherten Dispersion verglichen.

[0051] Die Viskosität wurde mit einem Kegel-Platte-Viskosimeter (Roto Visco 1) der Firma Haake bei 20°C bestimmt (Titankegel: ∅ 60 mm, 1°), wobei die Abhängigkeit der Viskosität von dem Schergefälle in einem Bereich zwischen 0 und 200 s^{-1} untersucht wurde. Die Viskositäten wurden bei einem Schergefälle von 60 s^{-1} gemessen. Für eine Beurteilung der Lagerstabilität der Dispersionen wurde die Viskosität direkt nach der Herstellung der Präparation gemessen, sowie nach vierwöchiger Lagerung bei 50°C.

[0052] Die in den folgenden Beispielen beschriebenen Pigmentpräparationen wurden nach dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellt, wobei die folgenden Bestandteile in den angegebenen Mengen so verwendet wurden, dass 100 Teile der jeweiligen Pigmentpräparation entstehen. In den nachfolgenden Beispielen be-

deuten Teile Gewichtsteile. Es gilt das folgende allgemeine Rezept:
X Teile Komponente (A), Pigment
Y Teile Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend der Formel (I), (II), (III) oder (IV), die Nr. des Synthesebeispiels ist in der Tabelle angegeben
1 Teil Komponente (C), Stearylalkoxylat (4 Mol Ethylenoxid)
10 Teile Komponente (E)
0,2 Teile Komponente (F), Konservierungsmittel
Rest Komponente (G), Wasser

[0053] Die jeweiligen Anteile an X und Y und die Komponente E sind in den folgenden Tabellen angegeben. FS = Farbstärke, Komp. = Komponente, P. = Pigment.

Pigment-präparation Nr.	Zusammensetzung	Farbstärke in Weißdispersion	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier	Farbstärke-verlust im Schertest	Schaumbildung im Schaumtest	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung	Lager-stabilität
1	50 Teile P. Yellow 1 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 13; Komp. E ist Ethylenglykol	105%	kein Rub-out	100%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	605 mPas	sehr gut
2	50 Teile P. Red 3 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 28; Komp. E ist Propylenglykol	100%	geringer Rub-out	103%	3%	keine Schaumbildung	Sehr gut	628 mPas	gut
3	50 Teile P. Yellow 74 (Komp. A); 9 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 27; Komp. E ist Glycerin	102%	kein Rub-out	104%	5%	sehr geringe Schaumbildung	sehr gut	133 mPas	sehr gut
4	40 Teile P. Red 188 (Komp. A); 10,5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 14; Komp. E ist Diethylenglykol	98%	kein Rub-out	100%	2%	keine Schaumbildung	gut	465 mPas	sehr gut
5	45 Teile P. Orange 5 (Komp. A); 12 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 29; Komp. E ist Glycerin	105%	kein Rub-out	105%	0%	keine Schaumbildung	sehr gut	802 mPas	ausrei-chend gut
6	42 Teile P. Red 170 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 6; Komp. E ist Triethylenglykol	95%	geringer Rub-out	102%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	490 mPas	sehr gut
7	38 Teile P. Yellow 151 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 1; Komp. E ist Diglycerin	104%	kein Rub-out	100%	0%	geringe Schaumbildung	sehr gut	513 mPas	gut
8	70 Teile P. Red 101 (Komp. A); 5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 29; Komp. E ist Ethylenglykol	95%	kein Rub-out	97%	4%	keine Schaumbildung	sehr gut	1864 mPas	ausrei-chend
9	40 Teile P. Red 188 (Komp. A); 12 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 9; Komp. E ist Ethylenglykol	103%	kein Rub-out	98%	5%	geringe Schaumbildung	gut	518 mPas	gut
10	65 Teile P. Blue 28 (Komp. A); 5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 7; Komp. E ist Ethylenglykol	99%	kein Rub-out	94%	2%	keine Schaumbildung	sehr gut	2461 mPas	sehr gut
11	48 Teile P. Red 9 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 17; Komp. E ist Harnstoff	106%	leichter Rub-out	102%	0%	keine Schaumbildung	sehr gut	793 mPas	sehr gut

Pigment-präparation Nr.	Zusammensetzung	Farbstärke in Weißdispersion	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier	Farbstärke-verlust im Schertest	Schaumbildung im Schaumtest	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung	Lager-stabilität
12	45 Teile P. Blue 15:1 (Komp. A); 6 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 30; Komp. E ist Propylenglykol	101%	kein Rub-out	95%	0%	keine Schaumbildung	gut	861 mPas	gut
13	42 Teile P. Red 12 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 19; Komp. E ist α-Methyl-ω-hydroxy-polyethylenglykolether	104%	kein Rub-out	99%	2%	keine Schaumbildung	sehr gut	169 mPas	sehr gut
14	50 Teile P. Blue 15 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 16; Komp. E ist Ethylenglykol	100%	kein Rub-out	102%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	678 mPas	gut
15	40 Teile P. Yellow 83 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 22; Komp. E ist Diethylenglykol	106%	kein Rub-out	103%	5%	keine Schaumbildung	sehr gut	595 mPas	sehr gut
16	47 Teile P. Blue 15:3 (Komp. A); 7,5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 12; Komp. E ist Ethylenglykol	101%	kein Rub-out	105%	3%	geringe Schaumbildung	sehr gut	437 mPas	gut
17	35 Teile P. Violet 19 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 24; Komp. E ist Ethylenglykol	97%	geringer Rub-out	100%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	512 mPas	gut
18	36 Teile P. Violet 23 (Komp. A); 12 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 23; Komp. E ist Glycerin	103%	kein Rub-out	101%	0%	keine Schaumbildung	sehr gut	284 mPas	sehr gut
19	45 Teile P. Red 184 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 10; Komp. E ist Diethylenglykol	99%	kein Rub-out	103%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	152 mPas	sehr gut
20	75 Teile P. Green17 (Komp. A); 5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 12; Komp. E ist Propylenglykol	107%	kein Rub-out	105%	3%	keine Schaumbildung	sehr gut	615 mPas	gut
21	65 Teile P. White 6 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 1; Komp. E ist Propylenglykol	99% relatives Aufhellungs-vermögen in Dispersionsfarbe Schwarz	kein Rub-out	--	--	keine Schaumbildung	sehr gut	2144 mPas	gut

DE 10 2007 039 783 A1 2009.02.26

Pigment-präparation Nr.	Zusammensetzung	Farbstärke in Weißdispersion	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier	Farbstärke-verlust im Schertest	Schaumbildung im Schaumtest	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung	Lager-stabilität
22	40 Teile P. Orange 36 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 21; Komp. E ist Ethylenglykol	101%	kein Rub-out	102%	3%	keine Schaumbildung	sehr gut	477 mPas	sehr gut
23	40 Teile P. Black 7 (Komp. A); 6 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 2; Komp. E ist Polyvinylalkohol	102%	kein Rub-out	101%	2%	keine Schaumbildung	sehr gut	210 mPas	sehr gut
24	42 Teile P. Brown 41 (Komp. A); 9 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 8; Komp. E ist Ethylenglykol	90%	Leichter Rub-out	97%	6%	keine Schaumbildung	sehr gut	591 mPas	gut
25	70 Teile P. Green 50 (Komp. A); 6 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 20; Komp. E ist ε-Caprolactam	103%	kein Rub-out	104%	1%	keine Schaumbildung	gut	2018 mPas	gut
26	41 Teile P. Violet 32 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 18; Komp. E ist Polyvinylalkohol	100%	geringer Rub-out	106%	3%	keine Schaumbildung	gut	960 mPas	gut
27	65 Teile P. Yellow 184 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 13; Komp. E ist Diethylenglykol	108%	kein Rub-out	105%	5%	keine Schaumbildung	gut	1824 mPas	gut
28	45 Teile P. Red 208 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 24; Komp. E ist Ethylenglykol	102%	geringer Rub-out	90%	4%	keine Schaumbildung	sehr gut	615 mPas	sehr gut
29	40 Teile P. Yellow 154 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 25; Komp. E ist Ethylenglykol	107%	kein Rub-out	108%	4%	keine Schaumbildung	sehr gut	236 mPas	sehr gut
30	40 Teile P. Red 5 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 15; Komp. E ist Ethylenglykol	97%	ausgeprägter Rub-out	92%	6%	keine Schaumbildung	gut	639 mPas	mittel-mäßig
31	50 Teile P. Red 112 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 26; Komp. E ist Butylglykol	100%	kein Rub-out	105%	0%	keine Schaumbildung	sehr gut	355 mPas	sehr gut
32	38 Teile P. Red 122 (Komp. A); 11 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 16; Komp. E ist Ethylenglykol	99%	kein Rub-out	103%	1%	keine Schaumbildung	sehr gut	571 mPas	gut

DE 10 2007 039 783 A1 2009.02.26

Pigment-präparation Nr.	Zusammensetzung	Farbstärke in Weißdispersion	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier	Farbstärke-verlust im Schertest	Schaumbildung im Schaumtest	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung	Lager-stabilität
33	50 Teile P. Red 254 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 3; Komp. E ist Polyglycerin	110%	kein Rub-out	107%	6%	keine Schaumbildung	sehr gut	468 mPas	sehr gut
34	40 Teile P. Red 168 (Komp. A); 9 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 5; Komp. E ist Diethylenglykol	100%	kein Rub-out	101%	1%	geringfügige Schaumbildung	sehr gut	403 mPas	sehr gut
35	45 Teile P. Green 7 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 30; Komp. E ist Ethylenglykol	96%	kein Rub-out	102%	3%	keine Schaumbildung	sehr gut	569 mPas	sehr gut
36	48 Teile P. Yellow 97 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 20; Komp. E ist Diglycerin	103%	kein Rub-out	95%	4%	keine Schaumbildung	sehr gut	480 mPas	gut
37	40 Teile P. Brown 25 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 7; Komp. E ist Ethylenglykol	100%	geringfügiger Rub-out	102%	0%	keine Schaumbildung	gut	662 mPas	gut
38	40 Teile P. Black 11 (Komp. A); 5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 16; Komp. E ist Ethylenglykol	93%	Rub-out	101%	2%	keine Schaumbildung	gut	1530 mPas	gut
39	72 Teile P. White 18 (Komp. A); 7,5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 5; Komp. E ist Ethylenglykol	103% relatives Aufhellungs-vermögen in Dispersionsfarbe Schwarz	leichter Rub-out	--	--	keine Schaumbildung	sehr gut	1750 mPas	sehr gut
40	50 Teile P. Red 53:1 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 26; Komp. E ist Ethylenglykol	101%	kein Rub-out	103%	2%	keine Schaumbildung	sehr gut	648 mPas	sehr gut
41	50 Teile P. Red 266 (Komp. A); 8,5 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 20; Komp. E ist Ethylenglykol	106%	kein Rub-out	100%	7%	keine Schaumbildung	sehr gut	415 mPas	sehr gut
42	40 Teile P. Orange 13 (Komp. A); 7 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 17; Komp. E ist Ethylenglykol	96%	kein Rub-out	105%	3%	keine Schaumbildung	gut	598 mPas	ausrei-chend gut
43	40 Teile P. Red 210 (Komp. A); 10 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 4; Komp. E ist Triethylenglykol	103%	kein Rub-out	102%	0%	geringfügige Schaumbildung	sehr gut	608 mPas	sehr gut

DE 10 2007 039 783 A1 2009.02.26

Pigment-präparation Nr.	Zusammensetzung	Farbstärke in Weißdispersion	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier	Farbstärke-verlust im Schertest	Schaumbildung im Schaumtest	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung	Lager-stabilität
44	40 Teile P. Yellow 14 (Komp. A); 8 Teile Komp. B aus Synthesebeispiel 11; Komp. E ist Glycerin	99%	kein Rub-out	94%	5%	keine Schaumbildung	sehr gut	164 mPas	sehr gut

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

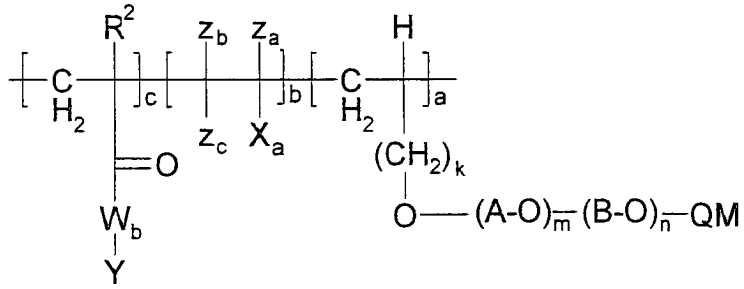
- EP 1293523 **[0003]**
- DE 102005012315 **[0003]**
- EP 1721941 **[0003]**
- AZ 102007021870 **[0029]**
- DE 2638946 **[0047]**

Zitierte Nicht-Patentliteratur

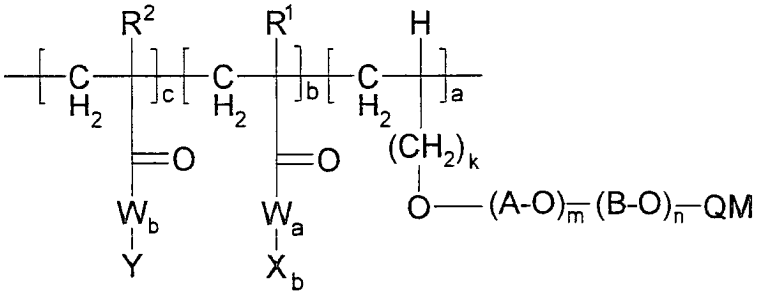
- DIN 55986 **[0047]**

Patentansprüche

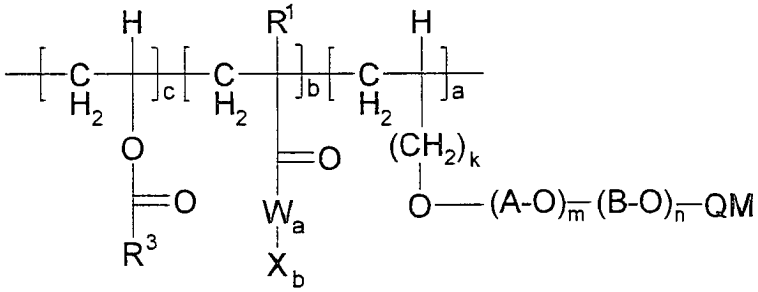
1. Wässrige Pigmentpräparation, enthaltend
(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,
(B) ein Dispergiermittel der Formel (I), (II), (III) oder (IV) oder Mischungen der Dispergiermittel der Formeln (I), (II), (III) oder (IV)



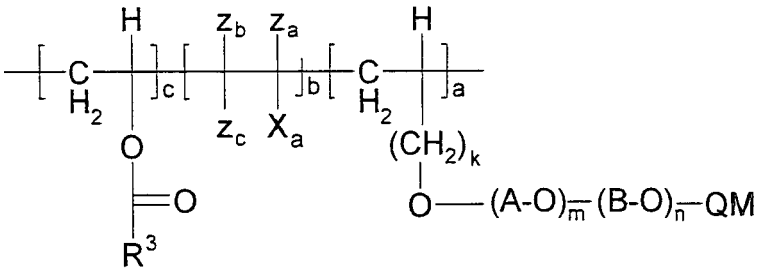
(I)



(II)

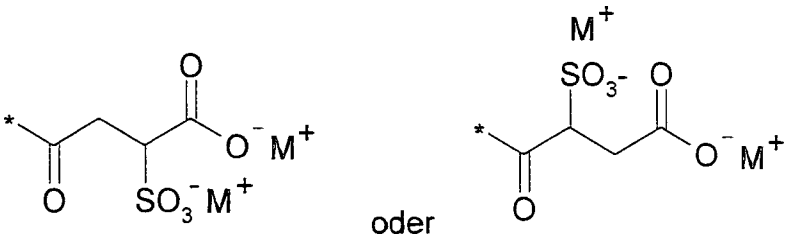


(III)



(IV)

worin die Indices a, b und c den molaren Anteil des jeweiligen Monomeren angeben:
a = 0,01 bis 0,8;
b = 0,001 bis 0,8;
c = 0,001 bis 0,8;
wobei die Summe aus a + b + c gleich 1 ist,
A für C_2- bis C_4-Alkylen und
B für ein von A unterschiedliches C_2- bis C_4-Alkylen steht,
k der Zahl 0 oder 1 entspricht,
m eine Zahl von 0 bis 500 ist;
n eine Zahl von 0 bis 500 ist,
wobei die Summe m + n gleich 1 bis 1000 ist;
X_a für einen aromatischen oder araliphatischen Rest mit 3 bis 30 C-Atomen steht, der gegebenenfalls eines oder mehrere der Heteroatome N, O und S enthält,
Z_a für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht,
Z_b für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht,
Z_c für H oder (C_1-C_4)-Alkyl steht;
R^1 für Wasserstoff oder Methyl steht,
X_b für einen aromatischen oder araliphatischen Rest mit 3 bis 30 C-Atomen steht, der gegebenenfalls eines oder mehrere der Heteroatome N, O und S enthält,
W_a für Sauerstoff oder die Gruppe NH steht,
R^2 für Wasserstoff oder Methyl steht,
Y für einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 30 C-Atomen steht, der linear oder verzweigt, oder auch cyclisch sein kann, und die Heteroatome O, N und/oder S enthalten kann und auch ungesättigt sein kann,
W_b für Sauerstoff oder die Gruppe NH steht;
Q für SO_3, CH_2COO, PO_3M steht;
oder QM bedeutet:



wobei
M für H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH_4^+, ein sekundäres, tertiäres oder quartäres Ammoniumion, oder eine Kombination davon, oder für Äquivalente von zwei-, drei- oder mehrwertigen Metallionen steht;
(C) gegebenenfalls Benetzer,
(D) gegebenenfalls weitere Tenside und/oder Dispergiermittel,
(E) gegebenenfalls ein oder mehrere organische Lösemittel und/oder eine oder mehrere hydrotrope Substanzen,
(F) gegebenenfalls weitere zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen übliche Zusatzstoffe, und
(G) Wasser.

2. Pigmentpräparation nach Anspruch 1, enthaltend 5 bis 80 Gew.-% der Komponente (A).

3. Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, enthaltend 0,1 bis 30 Gew.-% der Komponente (B).

4. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung der Komponenten (A) bis (G):
(A) 5 bis 80 Gew.-%,
(B) 0,1 bis 30 Gew.-%,
(C) 0 bis 10 Gew.-%,
(D) 0 bis 20 Gew.-%,
(E) 0 bis 30 Gew.-%,
(F) 0 bis 20 Gew.-%,
(G) 1 bis 90 Gew.-% Wasser,
jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

5. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung der Komponenten (A) bis (G):
(A) 10 bis 70 Gew.-%
(B) 2 bis 15 Gew.-%,
(C) 0,1 bis 5 Gew.-%,
(D) 1 bis 10 Gew.-%,
(E) 5 bis 20 Gew.-%,
(F) 0,1 bis 5 Gew.-%,
(G) 10 bis 70 Gew.-% Wasser,
jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

6. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment von Komponente (A) ein Monoazo-, Disazo-, verlacktes Azo-, β-Naphthol-, Naphthol AS-, Benzimidazolon-, Disazokondensations-, Azo-Metallkomplex-Pigment oder ein polycyclisches Pigment aus der Gruppe der Phthalocyanin-, Chinacridon-, Perylen-, Perinon-, Thioindigo-, Anthanthron-, Anthrachinon-, Flavanthron-, Indanthron-, Isoviolanthron-, Pyranthron-, Dioxazin-, Chinophthalon-, Isoindolinon-, Isoindolin- und Diketopyrrolopyrrol-Pigmente oder Ruße ist.

7. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass in Komponente (B) die Alkylenoxideinheiten $(A\text{-}O)_m$ und $(B\text{-}O)_n$ blockartig angeordnet sind.

8. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man die Komponente (A) in Form von Pulver, Granulat oder wässrigem Presskuchen in Gegenwart von Wasser (G) sowie den Komponenten (B) und gegebenenfalls (C) und (D) dispergiert, anschließend gegebenenfalls Wasser (G), sowie gegebenenfalls eine oder mehrere der Komponenten (E) und (F) zumischt und gegebenenfalls die erhaltende wässrige Pigmentdispersion mit Wasser (G) verdünnt; oder die Komponenten (B) vorgibt und gegebenenfalls eine oder mehrere der Komponenten (C), (D), (E) und (F) zunächst vermischt und homogenisiert, dann die Komponente (A) in die vorgelegte Mischung eingerührt, wobei die Komponente (A) angeteigt und vordispergiert wird.

9. Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10 zum Pigmentieren von wässrigen Anstrichmitteln, Dispersions- und Lackfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Tapetenfarben und Druckfarben, zum Einfärben von Papier und Papierpulpe, zur Papiermassefärbung, zur Papierherstellung und zum Einfärben Kartonagen und Textilien.

10. Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10 zum Pigmentieren von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, Cellulosefasern, Laminateinfärbung sowie zur Herstellung von Drucktinten, Ink-Jet-Tinten, elektrophotographischen Tonern, Pulverlacken, Farbfiltern, elektronischen Tinten und „Electronic Paper", Color Filter, Holzschutzsystemen, Viskose-Spinnfärbung, Wurstdärmen, Saatgut, Düngemitteln, Glasflaschen, sowie zur Massefärbung von Dachziegeln, zur Einfärbung für Putze, Beton, Holzbeizen, Buntstiftminen, Faserschreibern, Wachsen, Paraffinen, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmitteln, Schuhpflegemitteln, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen