



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 22 436 T2** 2008.06.12

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 417 266 B1**

(51) Int Cl.⁸: **C09C 3/08** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 22 436.5**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/NL02/00492**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 749 434.3**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2003/016410**

(86) PCT-Anmeldetag: **22.07.2002**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **27.02.2003**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **12.05.2004**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **12.09.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **12.06.2008**

(30) Unionspriorität:

1018742 13.08.2001 NL

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR

(73) Patentinhaber:

Byk-Cera B.V., Deventer, NL

(72) Erfinder:

**MACHIELSE, Johannes Bernardus, NL-1053 SX
Amsterdam, NL; STEENBERGEN, Jan, NL-8191
VC Wapenveld, NL**

(74) Vertreter:

Prinz und Partner GbR, 80335 München

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUM EINSCHLIESSEN EINES ANORGANISCHEN BESTANDTEILS IN EINEM WACHS, AUF DIESE WEISE HERGESTELLTE WACHSTEILCHEN UND VERWENDUNG DIESER TEILCHEN**

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

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

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Einkapseln eines anorganischen Bestandteils in einem Wachs, wie in Anspruch 1 angegeben, sowie auf ein diesbezügliches Wachsteilchen, wie in Anspruch 9 angegeben, bei dem ein anorganischer Bestandteil gleichmäßig in dem Wachsteilchen dispergiert ist. Die vorliegende Erfindung bezieht sich ferner auf Verfahren zur Zubereitung eines mikronisierten Wachses und einer Wachsdispersion unter Verwendung eines derartigen Wachsteilchens und auch auf die Verwendung einer solchen Wachsdispersion und eines solchen mikronisierten Wachses.

[0002] Das in der Einleitung erwähnte Verfahren ist an sich aus dem US-Patent 4,173,492 bekannt, bei dem hydrophile Farbpigmentteilchen mit Hydroxystearatwachs vermischt werden, indem die Pigmentteilchen und das Wachs zwei erwärmten, sich drehenden Walzen zugeführt werden. Die Menge an Feuchtigkeit, die eventuell in den Pigmentteilchen vorhanden ist, wird auf diese Weise entfernt und es wird bewirkt, daß das Wachs schmilzt, wobei die Pigmentteilchen infolgedessen eingekapselt werden und ein Gemisch aus geschmolzenem Wachs und Pigmentteilchen erhalten wird. Das so durch die sich drehenden Walzen geführte Gemisch wird daraufhin abgekühlt, indem das Gemisch mit einer Oberfläche mit einer niedrigen Temperatur in Kontakt gebracht wird, woraufhin die feste erstarrte Masse von der Oberfläche abgeschabt und dann in Flocken zerkleinert wird. Aus dem genannten US-Patent ist ferner bekannt, daß die bevorzugte Pigmentmenge 30 bis 75 Gew.-% und die bevorzugte Wachsmenge 70 bis 25 Gew.-% beträgt und daß Glasfasern, Metallfasern und andere Fasern zur Verstärkung hinzugefügt werden können.

[0003] Die Umwelt betreffende Überlegungen und die Gesetzgebung hinsichtlich der Arbeitsbedingungen haben zu bedeutenden Entwicklungen und Wachstum auf dem Gebiet permanenter oder vorübergehender Schutzsysteme auf Wasserbasis wie etwa Farben oder Poliermittel geführt. Zum Zwecke der Verbesserung und Steuerung der Oberflächeneigenschaften wie etwa der Kratzfestigkeit, des Schutzes vor Beschädigungen, der Oberflächenspannung, des Wasserabweisungsvermögens, des Grades der Haftfähigkeit, der Mattierung und der Glattheit der Oberfläche werden dem Schutzsystem auf Wasserbasis Wachszusatzstoffe zugesetzt. Zwei Arten von Wachszusatzstoffen sind bekannt, nämlich Wachsemulsionen mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von weniger als 1 µm, insbesondere 40 bis 500 nm, und Wachsdispersionen und mikronisierte Wachse mit einer Teilchengröße von über 1 µm, insbesondere 2 bis 50 µm. Die erste Gruppe von Wachszusatzstoffen wird bei Schutzsystemen auf Wasserbasis verwendet, während die andere Gruppe aufgrund ihrer größeren durchschnittlichen Teilchengröße hauptsächlich bei unterstützenden Anwendungen zum Oberflächenschutz und zur Oberflächenmattierung bevorzugt wird.

[0004] Das Problem bei der Verwendung von Wachsdispersionen und mikronisierten Wachsen liegt darin, daß sie aufgrund ihrer relativ großen Teilchengröße und ihrer geringen Dichte in Schutzsystemen auf Wasserbasis instabil werden. Während der Lagerung steigt der Wachszusatzstoff in dem Schutzsystem auf Wasserbasis an die Oberfläche auf, wobei dieser Effekt unter anderem von der Art des Bindemittels, der Viskosität des Systems und der Lagerungstemperatur beeinflusst wird. Als Folge dieses Aufschwimmens flockt der Wachszusatzstoff aus, und an der Grenzfläche zwischen der Luft und der Flüssigkeit findet eine gewisse Schrumpfung statt. Infolge dieses Aufschwimmens und der damit verbundenen Schrumpfung des Wachszusatzstoffes zeigt das Schutzsystem ein gewisses Maß an Inhomogenität. Aufgrund dieser Koagulation und Ungleichmäßigkeit erfüllt das einen Wachszusatzstoff umfassende Schutzsystem nicht länger die vorgegebenen Anforderungen, und somit führen diese Ausflockung und Inhomogenität zu unerwünschten Veränderungen der Schichtdicke und des Grades des Glanzes, und darüber hinaus entstehen an der Oberfläche erhebliche optisch wahrnehmbare Fehlstellen.

[0005] Üblicherweise verwendet der Fachmann auf diesem Gebiet Kombinationen aus Wachsen, chemische Modifikationen von Wachsen, Bindemittel, Polymere, wie etwa Polytetrafluorethylen (PTFE), Emulgatoren, Verdickungsmittel und andere Zusatzstoffe, um die Stabilität von Wachsdispersionen und mikronisierten Wachszusatzstoffen in Schutzsystemen auf Wasserbasis zu verbessern. Derartige Maßnahmen eignen sich nur zur Verbesserung der Wirkung und der Stabilität dieser Gruppe von Wachszusatzstoffen bei bestimmten Ausführungsformen, sie können jedoch offenbar keine Langzeitstabilität gewährleisten. Für eine bestimmte Gruppe von Wachsen, insbesondere Wachse mit niedriger Dichte wie etwa Polypropylenwachse ist es jedoch beinahe unmöglich, eine solche Langzeitstabilität zu erhalten, während eine solche Stabilität im Hinblick auf die Erzielung der gewünschten Eigenschaften dieser Wachse wünschenswert ist. In der Praxis wird die Verwendung von Polytetrafluorethylen als Lösung angesehen, dies führt jedoch bei der Anwendung zu einer Trennung des Wachszusatzstoffes in einen leichten Anteil und einen schweren Anteil.

[0006] Folglich besteht die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin, unabhängig von der Temperatur und

dem Bindemittel eine Langzeitstabilität zu erreichen, wobei es wünschenswert ist, die Dichte des Wachses auf einen Wert zu erhöhen, der größer oder gleich dem des Bindemittels ist. Diese Stabilität ist in Schutzsystemen auf Wasserbasis inhärent und permanent.

[0007] Erfindungsgemäß ist das in der Einleitung erwähnte Verfahren dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren die folgenden Schritte umfaßt:

- i) Der anorganische Bestandteil wird Scherkräften ausgesetzt, derart, daß eine Desagglomeration des anorganischen Bestandteils erfolgt, wobei dieser Schritt in Anwesenheit des Wachses ausgeführt wird, wobei das Wachs als Abstandhalter dient, um ein erneutes Agglomerieren zu verhindern,
- ii) die Temperatur des Gemisches aus Schritt i) wird daraufhin auf einen Wert oberhalb der Schmelztemperatur des Wachses erhöht,
- iii) das in Schritt ii) erhaltene Gemisch wird schnell abgekühlt, und schließlich
- iv) wird das verfestigte Gemisch aus Schritt iii) so zerkleinert, daß ein Wachs mit einem anorganischen Bestandteil gewonnen wird.

[0008] Das in Schritt iv) erhaltene Wachs kann insbesondere als Wachsteilchen mit einer Größe von etwa 1 bis 2 mm angesehen werden, das auch als „Flocke“ bezeichnet wird.

[0009] Erfindungsgemäß wird zur Erhöhung der Dichte des Wachses ein anorganisches Pigment oder ein anorganischer Füllstoff mit hoher Dichte verwendet, wobei die Menge des anorganischen Bestandteils in der Wachsmatrix gering ist, insbesondere 1 bis 5 Vol.-%. Die Durchführung der obigen Schritte i) bis ii) ermöglicht es, den anorganischen Bestandteil in der geschmolzenen Wachsmatrix gleichmäßig fein zu verteilen, wobei das Wachs als Abstandhalter zwischen den anorganischen Bestandteilen in einem nicht geschmolzenen Zustand dient und somit eine erneute Agglomeration der anorganischen Bestandteile verhindert wird. Die Desagglomeration des anorganischen Bestandteils in dem Wachs, wie in Schritt i) beschrieben, ist erforderlich, da es technisch kompliziert ist, in einem geschmolzenen Wachs niedriger Viskosität ausreichende Scherkräfte zu erzeugen, um einen ausreichenden Grad der Desagglomeration des anorganischen Bestandteils zu erzielen. Aus dem so erhaltenen gewichteten Wachs läßt sich ein mikronisierter oder dispergierter Wachszusatzstoff mit einer Teilchengröße von mehr als 1 µm erhalten. Die Verwendung dieses Wachszusatzstoffes, insbesondere für die Schutzsysteme auf Wasserbasis wie etwa Farbe, Poliermittel oder Lack führt zu Langzeitstabilität.

[0010] Es ist insbesondere bevorzugt, die Schritte i) bis ii) in ein und derselben Vorrichtung durchzuführen, vorzugsweise einem Extruder, wobei der Extruder einen Kühlbereich, in dem insbesondere Schritt i) durchgeführt wird, sowie einen Heizbereich aufweist. Es ist insbesondere wünschenswert, daß der Heizbereich des Extruders ein Temperaturgefälle mit einer der Raumtemperatur entsprechenden Ausgangstemperatur und einer Endtemperatur aufweist, die der in Schritt ii) eingestellten Temperatur entspricht.

[0011] Mit dem oben erwähnten Extruder, der eine spezielle Schneckengeometrie aufweist, ist es möglich, den anorganischen Bestandteil in großen Gewichtsmengen gleichmäßig in die Wachsmatrix einzuarbeiten und außerdem eine hohe Produktionsgeschwindigkeit zu erzielen.

[0012] Das Gemisch aus Schritt ii) wird schnell abgekühlt, indem man es auf ein Kühlband gießt, so daß die anorganischen Bestandteile gleichmäßig in der Wachsmatrix verteilt bleiben.

[0013] Um eine handhabbare Form zu erhalten, ist es bevorzugt, die großen erstarrten Platten aus Schritt iii) in Schritt iv) in kleine Teilchen mit einer Teilchengröße von etwa 1 bis 2 mm, auch Flocken genannt, zu zerkleinern. Solche Flocken können daraufhin einer Mikronisierungsbehandlung mit Luft in einer Luftstrahlmühle unterzogen werden, wobei das Wachsteilchen auf eine Größe von 1 bis 50 µm zerkleinert wird, wobei das zerkleinerte Wachsteilchen auch als mikronisiertes Wachsteilchen bezeichnet wird. In diesem Zusammenhang ist anzumerken, daß es möglich ist, aus den Flocken sowie aus dem mikronisierten Wachs eine endgültige Wachsdispersion zusammenzustellen.

[0014] Es ist jedoch ebenso möglich, Schritt i) in einer Vorrichtung durchzuführen, in der hohe Scherkräfte erzeugt werden können, insbesondere einem Dispergiergerät, woraufhin Schritt ii) in einer anderen Vorrichtung durchgeführt wird, in der die Temperatur unter Rühren auf einen Wert oberhalb des Schmelzpunktes des Wachses angehoben wird.

[0015] Gemäß einer solchen Ausführungsform ist der anorganische Bestandteil in dem festen Wachs fein verteilt, und es müssen ausreichend hohe Scherkräfte zum Zwecke der Desagglomeration des anorganischen Bestandteils in sogenannte Primärteilchen ausgeübt werden, bei denen das Wachs als Schranke dient und somit

eine erneute Agglomeration verhindert. Wie oben bereits erwähnt, ist die Erzeugung ausreichend hoher Scherkräfte in einem niedrigviskosen Wachs, wodurch die Desagglomeration des anorganischen Bestandteils bewirkt wird, technisch kompliziert. Die Desagglomeration muß daher in der Feststoffphase ausgeführt werden.

[0016] Der anorganische Bestandteil wird aus der Gruppe der Metalloxide ausgewählt, insbesondere Titanoxyd, Zinkweiß, Sulfate, Silicate, Carbonate und Silicamaterialien oder eine Kombination von diesen, und insbesondere wird als anorganischer Bestandteil Bariumsulfat verwendet.

[0017] Bariumsulfat ist insbesondere wegen seines geringen Färbevermögens, seiner niedrigen Ölzahl und seiner hohen Dichte bevorzugt, insbesondere einer Dichte von $4,4 \text{ g/cm}^3$ und einer Ölzahl von 9 bis 20 g Öl pro 100 g Bariumsulfat.

[0018] Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform liegt die Dichte des anorganischen Bestandteils in einem Bereich von 2 bis $4,4 \text{ g/cm}^3$.

[0019] Ein geeignetes Wachs kann ein synthetisches Wachs wie etwa Polyethylen, Polypropylen oder Fischer-Tropsch-Wachse, seien sie chemisch modifiziert oder nicht, ein halbsynthetisches Wachs wie etwa Amidwachse und Montanwachse oder ein Naturwachs wie etwa Bienenwachs und Carnaubawachs oder eine Kombination von diesen sein.

[0020] Schritt i) kann in Anwesenheit wenigstens eines zusätzlichen aus der Gruppe der Polymere und Harze ausgewählten Bestandteils durchgeführt werden, vorzugsweise Polytetrafluorethylen, Polyharnstoff-Polymere oder Harnstoff-Formaldehydkondensate, da diese Stoffe bereits eine hohe Dichte aufweisen.

[0021] Die vorliegende Erfindung bezieht sich ferner auf ein Wachsteilchen bzw. auf dessen mikronisierte Form, in dem ein anorganischer Bestandteil dispergiert ist, wobei der Anteil des anorganischen Bestandteils, bezogen auf das Volumen des gewichteten Wachsteilchens, zwischen 1 und 5 Vol.-% liegt, wobei der anorganische Bestandteil gleichmäßig in der Wachsmatrix verteilt ist. Insbesondere variiert der Zwischenraum zwischen den anorganischen Bestandteilen in der Wachsmatrix zwischen $0,5$ und $2,5 \mu\text{m}$. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform liegt die Größe des Wachsteilchens in einem Bereich von 1 bis $50 \mu\text{m}$. Die Dichte des erhaltenen Wachsteilchens liegt in einem Bereich von $1,0$ bis $1,4 \text{ g/cm}^3$.

[0022] Darüber hinaus bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Verfahren zur Zubereitung einer Wachsdispersion unter Verwendung des vorliegenden Wachsteilchens bzw. dessen mikronisierter Form, bei dem das Wachsteilchen oder dessen mikronisierte Form in Anwesenheit wenigstens eines aus der Wasser, Harze, Lösungsmittel, Verschnittmittel und Zusatzstoffe enthaltenden Gruppe ausgewählten Bestandteils unter Bildung der Wachsdispersion zermahlen wird.

[0023] Die vorliegende Erfindung wird im folgenden anhand einer Reihe von Beispielen ausführlicher erläutert; es sollte jedoch klar sein, daß diese Beispiele lediglich zur Erläuterung gegeben werden und nicht als die vorliegende Erfindung in irgendeiner Weise einschränkend ausgelegt werden sollten.

Beispiel 1

[0024] Ein Fischer-Tropsch-Wachs mit einem Schmelzpunkt von ungefähr 95°C wird in einer Gewichtsmenge von 87 Gew.-% mit Bariumsulfat in einer Gewichtsmenge von 13 Gew.-% vermischt. Diese beiden Bestandteile werden in einem Extruder vermischt und daraufhin in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder extrudiert. Die Temperatureinstellung des Extruders ist derart, daß der erste Bereich gekühlt und der zweite Bereich daraufhin schrittweise auf eine Temperatur von 120°C erwärmt wird. Das bei einer Temperatur von etwa 120°C so extrudierte Gemisch wird in einen gekühlten Zylinder gegossen, woraufhin Platten des Wachses gepreßt werden, die dann in Teilchen mit einer Größe von etwa 1 mm zermahlen werden. Das so zerkleinerte Produkt wird mit Luft in einer Luftstrahlmühle unter Bildung eines Wachszusatzstoffes mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von etwa $7 \mu\text{m}$ mikronisiert. Der auf diese Weise zubereitete Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt bei der Anwendung von Schutzsystemen auf Wasserbasis keinerlei Abscheidung.

Beispiel 2

[0025] Ein Fischer-Tropsch-Wachs mit einem Schmelzpunkt von ungefähr 95°C wird in einer Gewichtsmenge von 69,6 Gew.-% mit Bariumsulfat in einer Gewichtsmenge von 10,4 Gew.-% und Polyharnstoff-Polymer in einer Gewichtsmenge von 20 Gew.-% vermischt. Diese drei Bestandteile werden in einem gleichläufigen Dop-

pelschneckenextruder extrudiert und wie in Beispiel 1 beschrieben weiterverarbeitet. Das so erhaltene Grundwachs wird in Kombination mit Wasser, Zusatzstoffen und Verschnittmitteln in einer Kugelmühle unter Bildung einer Wachsdispersion mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von etwa 5 µm zermahlen. Der erhaltene Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt bei der in Beispiel 1 erwähnten Anwendung keine Abscheidung.

Beispiel 3

[0026] Ein Fischer-Tropsch-Wachs mit einem Schmelzpunkt von ungefähr 95°C wird in einer Gewichtsmenge von 78,3 Gew.-% mit Bariumsulfat in einer Gewichtsmenge von 11,7 Gew.-% und Polyharnstoff-Polymer in einer Gewichtsmenge von 10 Gew.-% vermischt. Die Extrusion findet in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder bei einer Temperatur von 120°C statt und das Gemisch wird wie in Beispiel 1 beschrieben weiterverarbeitet. Der Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt bei der in Beispiel 1 erwähnten Anwendung keine Abscheidung.

Beispiel 4

[0027] Ein Fischer-Tropsch-Wachs mit einem Schmelzpunkt von ungefähr 95°C wird in einer Gewichtsmenge von 78,3 Gew.-% mit Bariumsulfat in einer Gewichtsmenge von 11,7 Gew.-% und PFTE-Polymer in einer Gewichtsmenge von 10 Gew.-% vermischt. Die Extrusion findet bei einer Temperatur von 120°C in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder statt, woraufhin die in Beispiel beschriebenen Vorgänge ausgeführt werden. Der Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt bei der in Beispiel 3 erwähnten Anwendung keine Abscheidung.

Beispiel 5

[0028] Eine Menge von 168 g Polypropylen-Wachs mit einem Schmelzpunkt von 160°C wird mit 32 g Bariumsulfat vermischt und bei einer Temperatur von 170°C in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder extrudiert, und daraufhin werden die in Beispiel 1 beschriebenen Vorgänge ausgeführt. Der Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt bei der in Beispiel 1 erwähnten Anwendung keine Abscheidung.

Beispiel 6

[0029] Eine Menge von 20 g Polyethylenwachs mit einem Schmelzpunkt von 130°C wird mit 154 g eines Fischer-Tropsch-Wachses und 26 g Bariumsulfat vermischt. Dieses Gemisch wird in einem Dispergiergerät 10 Minuten lang dispergiert; während dieser Zeit tritt kein Schmelzen der Wachse auf. Daraufhin wird das Gemisch bei einer Temperatur von 140°C geschmolzen und schließlich auf eine kalte Oberfläche gegossen. Die so erhaltenen Platten werden zerkleinert und wie in Beispiel 1 beschrieben weiterverarbeitet. Der Wachszusatzstoff ist homogen gewichtet und zeigt keine Abscheidung.

Beispiel 7

[0030] Der Wachszusatzstoff aus Beispiel 1 wurde mit den derzeit im Handel erhältlichen Wachszusatzstoffen verglichen. Die Versuche wurden in einem üblichen Lack auf Wasserbasis mit einer Acrylatgrundlage ausgeführt. Die Wachszusatzstoffe wurden dem Lack als Feststoff in einer Menge von 2 % des Gesamtausgangsgemischs zugesetzt. Die Proben wurden auf das Kontrastdiagramm mit einer Naßschichtdicke von 120 µm aufgebracht. Die Stabilitätsprüfung wurde nur eine Woche lang bei 40°C durchgeführt; danach waren bereits Unterschiede wahrnehmbar. Die Dichte des Lacks beträgt etwa 1,04 g/cm³. Die in der folgenden Tabelle enthaltenen Ergebnisse zeigen deutlich, daß der erfindungsgemäße Wachszusatzstoff im Vergleich zu den derzeit im Handel erhältlichen Zusatzstoffen ein beträchtlich verbessertes Verhalten aufweist.

Tabelle

Art des Zusatzstoffes	Leitfaden weicher Griff	Kratzfestigkeit	Einarbeitbarkeit	Stabilitätsprüfung Abscheidung 1 Woche 40°C	Nach Homogenisierung und Lagerung aufgetragen
Gemäß Beispiel 1	2	OK	OK	Geringe Sedimentierung	OK
Formaldehyd-polymer	4	Verworfen	OK	Geringe Sedimentierung	OK
Silicamaterial	3	Verworfen	OK	Bildung eines Bodensatzes	OK
A*	5	Verworfen	OK	Aufschwimmen	OK
B*	5	Verworfen	OK	Aufschwimmen	OK
C*	5-	Verworfen	OK	Aufschwimmen	Spitzen
D*	5-	Verworfen	Verworfen	Abscheidung in leichte und schwere Teilchen; Aufschwimmen und Sedimentierung	Viele Spitzen, schwierig einzuarbeiten
E*	5-	Verworfen	OK	Aufschwimmen	Spitzen

Bewertung: 1 = sehr gut; 5 = schlecht.

Anmerkungen:

A = Aquapoly 250 (modifiziertes Polyethylen mit Emulgatoren), Micropowders Inc., New York, USA.

B = Ceridust 3715 (mikronisiertes, oxidiertes Polyethylenwachs), Clariant GmbH, Gersthofen, Deutschland.

C = Ceridust 5551 (mikronisiertes Montanwachs), Clariant.

D = Aquapolyfluor 411 (Gemisch aus Fischer-Tropsch mit PTFE und Emulgator), Micropowders.

E = Lanco PEW 1555 (Fischer-Tropsch-Wachs mit Emulgator), Lubrizol, Ritterhude, Deutschland.

Vergleichsbeispiel 1

[0031] Eine Menge von 176 g Polyethylenwachs mit einem Schmelzpunkt von ungefähr 130°C wird auf eine Temperatur von 140°C erwärmt. Daraufhin werden dem so geschmolzenen Polyethylenwachs unter Rühren bei 2000 Umdrehungen pro Minute 24 g Bariumsulfat zugesetzt. Es ist deutlich zu sehen, daß Bariumsulfat in dem geschmolzenen Wachs in einem ungenügenden Maße dispergiert und somit in agglomerierter Form zurückbleibt. Nach weiterer Verarbeitung des erhaltenen Gemisches wie in Beispiel 1 beschrieben wird zwischen den Teilchen mit niedriger Dichte, die an die Oberfläche aufsteigen, und den Teilchen mit hoher Dichte, die sich in beträchtlichem Maße absetzen, in der Anwendung wie einem Schutzsystem auf Wasserbasis eine endgültige Abscheidung beobachtet. Aus diesem Vergleichsbeispiel ergibt sich, daß keine homogene Gewichtung erzielt wird, wenn der anorganische Bestandteil direkt in dem geschmolzenen Wachs dispergiert wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Einkapseln eines anorganischen Bestandteils in einem Wachs, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verfahren die folgenden Schritte umfaßt:

- i) der anorganische Bestandteil wird Scherkräften ausgesetzt, derart, daß eine Desagglomeration des anorganischen Bestandteils erfolgt, wobei dieser Schritt in Anwesenheit des Wachses ausgeführt wird, wobei das Wachs als Abstandshalter dient, um ein erneutes Agglomerieren des anorganischen Bestandteils zu verhindern,
- ii) die Temperatur des Gemisches aus Schritt i) wird daraufhin auf einen Wert oberhalb der Schmelztemperatur des Wachses erhöht,
- iii) das in Schritt ii) erhaltene Gemisch wird außerhalb des Extruders schnell abgekühlt, und schließlich

iv) wird das verfestigte Gemisch aus Schritt iii) so zerkleinert, daß ein Wachs mit einem anorganischen Bestandteil gewonnen wird, wobei die Schritte i)-ii) in einem Extruder durchgeführt werden, wobei der Extruder einen Kühlbereich, in dem insbesondere Schritt i) durchgeführt wird, sowie einen Heizbereich aufweist, nach Schritt iv) so erhaltene Wachsteilchen in einer Luftstrahlmühle einer Mikronisierungsbehandlung mit Luft unterzogen werden, wobei ein mikronisiertes Wachsteilchen erhalten wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Heizbereich des Extruders ein Temperaturgefälle mit einer der Raumtemperatur entsprechenden Ausgangstemperatur und einer Endtemperatur aufweist, die der in Schritt ii) eingestellten Temperatur entspricht.

3. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß der anorganische Bestandteil aus der Gruppe der Metalloxide ausgewählt wird, insbesondere Titandioxid, Zinkweiß, Sulfate, Silicate, Carbonate und Silicamaterialien oder eine Kombination von diesen.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als anorganischer Bestandteil Bariumsulfat verwendet wird.

5. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Dichte des anorganischen Bestandteils in einem Bereich von 2 bis 4,4 g/cm³ liegt.

6. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Wachs ein synthetisches Wachs wie etwa Polyethylen, Polypropylen oder Fischer-Tropsch-Wachse, seien sie chemisch modifiziert oder nicht, ein halbsynthetisches Wachs wie etwa Amidwachse und Montanwachse oder ein Naturwachs wie etwa Bienenwachs und Carnaubawachs oder eine Kombination von diesen ist.

7. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß Schritt i) in Anwesenheit wenigstens eines zusätzlichen aus der Gruppe der Polymere und Harze ausgewählten Bestandteils durchgeführt wird, vorzugsweise Polytetrafluorethylen, Polyharnstoff-Polymere oder Harnstoff-Formaldehyd-kondensate.

8. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das mikronisierte Wachsteilchen eine Größe von 1 bis 50 µm aufweist.

9. Wachsteilchen, das durch die Durchführung des Verfahrens nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 8 erhalten wird, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des anorganischen Bestandteils, bezogen auf das Volumen des Wachsteilchens, zwischen 1 und 5 Vol.-% liegt, wobei der anorganische Bestandteil gleichmäßig in der Wachsmatrix verteilt ist, wobei die Dichte des auf diese Weise erhaltenen Wachsteilchens in einem Bereich von 1,0 bis 1,4 g/cm³ liegt.

10. Mikronisiertes Wachsteilchen, das durch die Durchführung des Verfahrens nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 8 erhalten wird, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil des anorganischen Bestandteils, bezogen auf das Volumen des Wachsteilchens, zwischen 1 und 5 Vol.-% liegt, wobei der anorganische Bestandteil gleichmäßig in der Wachsmatrix verteilt ist, wobei die Dichte des auf diese Weise erhaltenen Wachsteilchens in einem Bereich von 1,0 bis 1,4 g/cm³ liegt.

11. Wachsteilchen nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Zwischenraum zwischen den anorganischen Bestandteilen in der Wachsmatrix zwischen 0,5 und 2,5 µm variiert.

12. Wachsteilchen nach wenigstens einem der Ansprüche 9 und 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Größe des Wachsteilchens in einem Bereich von 1 bis 50 µm liegt.

13. Mikronisiertes Wachsteilchen nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Zwischenraum zwischen den anorganischen Bestandteilen in der Wachsmatrix zwischen 0,5 und 2,5 µm variiert.

14. Mikronisiertes Wachsteilchen nach wenigstens einem der Ansprüche 10 und 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Größe des mikronisierten Wachsteilchens in einem Bereich von 1 bis 50 µm liegt.

15. Verfahren zur Zubereitung einer Wachsdispersion unter Verwendung eines Wachsteilchens nach wenigstens einem der Ansprüche 9, 11 bis 12, oder eines mikronisierten Wachsteilchens nach wenigstens einem der Ansprüche 10, 13 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß das Teilchen in Anwesenheit wenigstens eines aus

der Wasser, Harze, Lösungsmittel, Verschnittmittel und Zusatzstoffe enthaltenden Gruppe ausgewählten Bestandteils unter Bildung der Wachsdispersion zermahlen wird.

16. Verwendung eines Wachsteilchens nach wenigstens einem der Ansprüche 9, 11 bis 12, oder eines mikronisierten Wachsteilchens nach einem der Ansprüche 10, 13 bis 14, oder einer durch Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 15 erhaltenen Wachsdispersion in Schutzsystemen auf Wasserbasis.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen