

(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
20. November 2008 (20.11.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/138484 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B01F 17/00 (2006.01) *C08L 71/02* (2006.01)
C08L 33/14 (2006.01) *C09D 17/00* (2006.01)
C08L 51/08 (2006.01) *C09D 7/02* (2006.01)
C08L 53/00 (2006.01)

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **FECHNER, Björn**
[DE/DE]; Heinrich-Heine-Strasse 14, 65817 Eppstein
(DE). **SCHAEFER, Carsten** [DE/DE]; Oderstrasse 40G,
84453 Mühldorf am Inn (DE). **WÖRNDLE, Alexander**
[DE/DE]; Heiligkreuzgasse 9a, 60313 Frankfurt am Main
(DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/003454

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

(22) Internationales Anmeldedatum:

29. April 2008 (29.04.2008)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

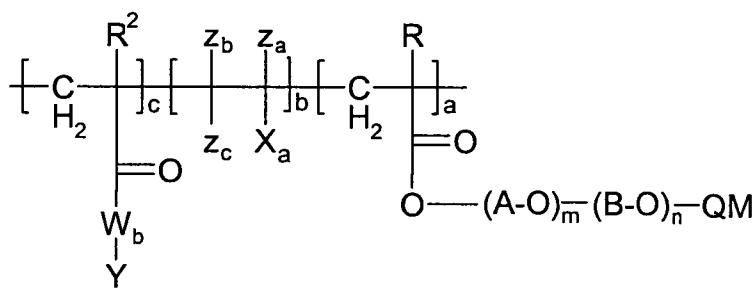
10 2007 021 867.4 10. Mai 2007 (10.05.2007) DE

(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,

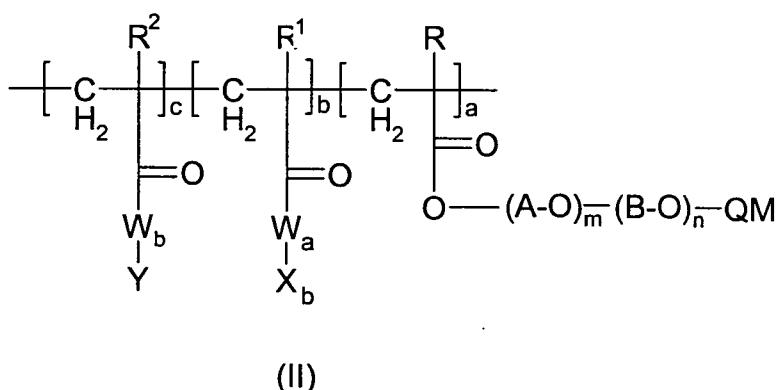
[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: WATER-BASED PIGMENT PREPARATIONS

(54) Bezeichnung: PIGMENTPRÄPARATIONEN AUF WASSERBASIS



(57) Abstract: The invention relates to aqueous pigment preparations containing (A) at least one organic and/or inorganic pigment, (B) a dispersant of formula (I) or (II), or mixtures of the dispersants of formulas (I) and (II), (C) optionally wetting agents, (D) optionally other surfactants and/or dispersants, (E) optionally one or more organic solvents or one or more hydrotropic substances, (F) optionally other additives used conventionally for the production of aqueous pigment dispersions and (G) water.



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

WO 2008/138484 A1



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.

- (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:

— *mit internationalem Recherchenbericht*

Beschreibung

Pigmentpräparationen auf Wasserbasis

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

Für die Dispergierung von Pigmenten im flüssigen Medium sind üblicherweise 10 Dispergiermittel notwendig. Dispergiermittel können anionischer, kationischer, amphoterer oder neutraler Struktur sein. Sie können niedermolekularer Natur sein oder höhermolekulare Polymere darstellen, die eine statistische, alternierende, blockartige, kammartige oder sternförmig angeordnete Architektur der polymerisierten Monomere ausbilden.

15 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 20 von Papier und Papierpulpe, Kartonagen, Textilien und deren Oberflächen.

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.

25 Bislang ist es jedoch nicht gelungen, die in der Vergangenheit verwendeten anionischen Novolakdispergiermittel in ihrer Performance zu ersetzen, ohne Nachteile in Kauf nehmen zu müssen. Die früher gebräuchlichen Novolakdispergiermittel enthalten als Folge ihrer Herstellung Reste von 30 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.

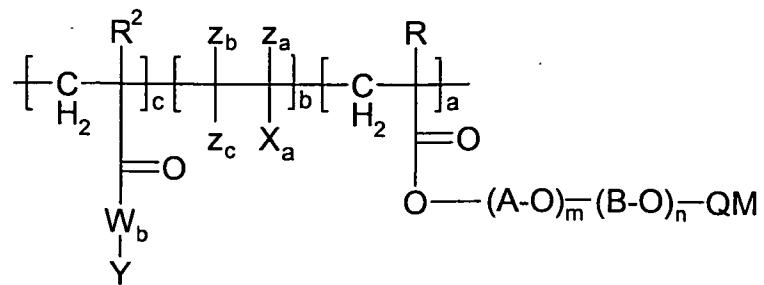
5 Bisherige Untersuchungen haben gezeigt, dass es nach wie vor außerordentlich schwierig ist, Dispergiermittel zu synthetisieren, die anionischen Novolaksystemen äquivalent sind. Gefordert sind demnach neue Dispergiermittel, die organische Pigmente in hoher Konzentration von über 40 % niederviskos dispergieren können. Die Dispersionen müssen leicht herstellbar sein, d. h. die Pigmente
10 müssen leicht benetzbar und leicht ins wässrige Medium einarbeitbar sein. Die Dispersion muss eine hohe und reproduzierbare Farbstärke aufweisen, die über einen Zeitraum von mehreren Jahren stabil erhalten bleibt. Ebenfalls sollten alle weiteren coloristischen Parameter wie z. B. der Buntonwinkel und die Reinheit reproduzierbar und stabil sein. Die Dispersion sollte nicht schäumen bzw. keine
15 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 die Farbstärke oder Coloristik nicht signifikant ändern.

20

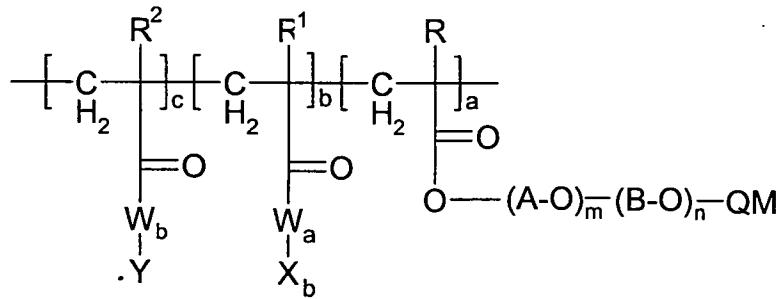
Überraschenderweise wurde gefunden, dass spezielle anionische Copolymeren, die mit Hilfe von Makromonomeren aus Polyethylen/Polypropylen-glykol-Mono(meth)acrylsäureestern hergestellt werden, die gestellte Aufgabe erfüllen und nichtionische Novolaksysteme in ihrer Performance als Dispergiermittel
25 ersetzen können.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind wässrige Pigmentpräparationen, enthaltend

(A) mindestens ein organisches und/oder anorganisches Pigment,
30 (B) ein Dispergiermittel der Formel (I) oder (II), oder Mischungen der Dispergiermittel der Formeln (I) und (II),



(I)



(II)

wobei

die Indices a, b und c den molaren Anteil des jeweiligen Monomeren angeben

$$a = 0,01 - 0,8$$

5 $b = 0,001 - 0,8$

$$c = 0,001 - 0,8$$

wobei die Summe aus a + b + c gleich 1 ist und

besonders bevorzugt

$$a = 0,1 - 0,7$$

10 $b = 0,1 - 0,6$

$$c = 0,1 - 0,6$$

wobei die Summe aus a + b + c gleich 1 ist,

A für C₂-C₄-Alkylen und

B für ein von A unterschiedliches C₂-C₄-Alkylen steht,

15 R für Wasserstoff oder Methyl steht,

m eine Zahl von 1 bis 500, vorzugsweise 1 bis 50, ist;

n eine Zahl von 1 bis 500, vorzugsweise 1 bis 50, ist;

wobei die Summe m + n gleich 2 bis 1.000 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,

5 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

10 enthält,

W_a für Sauerstoff oder die Gruppe NH steht,

R^2 für Wasserstoff oder Methyl steht,

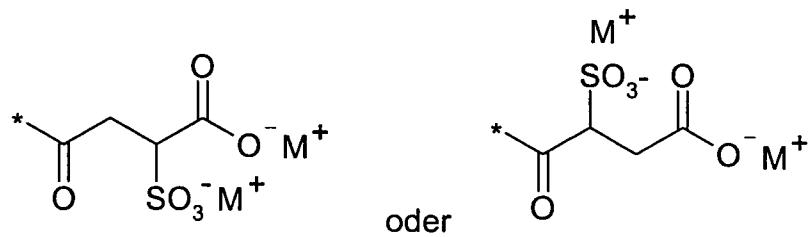
Y für einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 30 C-Atomen, vorzugsweise 6 bis 30, insbesondere 9 bis 20 C-Atomen, steht, der linear oder verzweigt, oder auch cyclisch sein kann, und die Heteroatome O, N und/oder S enthalten kann und auch ungesättigt sein kann,

15

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

25 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,
- 5 (F) gegebenenfalls weitere zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen übliche Zusatzstoffe, und
- (G) Wasser.

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).

Besonders bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten an Komponente

- 15 (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.-%,

20 (F) 0 bis 20 Gew.-%, beispielsweise 0,1 bis 5 Gew.-%,

- (G) Rest Wasser,

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

Im Falle dass eine oder mehrere der Komponenten (C), (D), (E) und (F) 25 vorhanden sind, beträgt deren Minimalkonzentration unabhängig voneinander zweckmäßigerweise mindestens 0,01 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

Die Komponente (A) der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation ist ein 30 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.

Als organische Pigmente kommen Monoazo-, Disazo-, verlackte Azo-,

- 5 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.

10

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.

15

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,

- 20 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

- 25 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

5 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

10 Brown 25; Isoindolinon- und Isoindolininpigmente, 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

15 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.

25

Ferner eignen sich verlackte Farbstoffe wie Ca-, Mg-, Al-Lacke von sulfonsäure- und/oder carbonsäuregruppenhaltigen Farbstoffen.

30 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,

5 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.

10 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.

15 Als Komponente (B) werden neuartige spezielle anionische Copolymeren als Dispergiermittel eingesetzt. Die Copolymeren 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.

20 Diese Polymere werden durch radikalische Polymerisation von Monomeren entsprechend den in den Klammern []_c, []_b und []_a beschriebenen Resten in Formel (I) oder (II) hergestellt. Im Anschluss an die Polymerisation wird das so erhaltene nichtionische Polymer zu anionischen Funktionalitäten umgesetzt.

25 Anionische Funktionalitäten sind beispielsweise SO_3M , CH_2COOM , PO_3M_2 oder Sulfosuccinat.

Das Herstellungsverfahren ist in der deutschen Patentanmeldung DE 10 2007 021 869 beschrieben.

30 In einer bevorzugten Ausführungsform der Komponente (B) steht $(\text{A}-\text{O})_m$ für Propylenoxid-Einheiten und $(\text{B}-\text{O})_n$ für Ethylenoxid-Einheiten, oder $(\text{A}-\text{O})_m$ für Ethylenoxid-Einheiten und $(\text{B}-\text{O})_n$ für Propylenoxid-Einheiten, wobei der molare Anteil der Ethylenoxid-Einheiten bevorzugt 50 bis 98 %, insbesondere 60 bis

95 %, besonders bevorzugt 70 bis 95 %, bezogen auf die Summe der Ethylenoxid- und Propylenoxid-Einheiten, beträgt.

Die Summe der Alkylenoxydeinheiten kann prinzipiell $n + m = 2$ bis 1.000 sein,

- 5 bevorzugt ist 2 bis 500, insbesondere 2 bis 100, besonders bevorzugt 5 bis 100. Eine wesentliche Eigenschaft, die die erfindungsgemäßen Polymere auszeichnet, ist, dass es sich bei den Polyalkylenglykol-Seitenketten des Polymers nicht um reine Polyethylenglykole oder Polypropylenglykole handelt. Stattdessen sind die Polyalkylenglykole entweder statistische oder blockartige Polyalkylenglykole aus
10 Propylenoxid- und Ethylenoxid-Einheiten. Erst die Feinabstimmung dieses EO/PO-Verhältnisses ermöglicht polymere Dispergiermittel, die zum Herstellen von hochkonzentrierten Pigmentdispersionen mit niedriger Viskosität geeignet sind. Durch die optimierten Verhältnisse des EO/PO-Anteils im Monomer []_a in Kombination mit den aromatischen und aliphatischen Monomeren []_b und []_c
15 gelingt es, die Eigenschaften von novolakartigen Dispergiermitteln so nachzubilden, dass ein sehr ähnliches Eigenschaftsprofil erhalten wird.

Zu den Monomeren der Gruppe []_b der Komponente (B) gehören beispielsweise die folgenden Ester und Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Phenyl,

- 20 Benzyl, Tollyl, 2-Phenoxyethyl, Phenethyl. Weitere Monomere können vinylaromatische Monomere wie Styrol und seine Derivate sein, wie beispielsweise Vinyltoluol, α -Methylstyrol. Bei der aromatischen Einheit kann es sich auch um Heteroaromaten handeln, wie z. B. in 1-Vinylimidazol. Besonders bevorzugte Monomere der Gruppe []_b können sein: Styrol,
25 1-Vinylimidazol, Benzylmethacrylat, 2-Phenoxyethylmethacrylat und Phenethylmethacrylat.

Zu den Monomeren der Gruppe []_c der Komponente (B) gehören beispielsweise die folgenden Ester und Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Methyl-,

- 30 Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, Isobutyl-, t-Butyl-, Pentyl-, Hexyl-, 2-Ethylhexyl-, 3,3-Dimethylbutyl-, Heptyl-, Oktyl-, 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-.

Bevorzugte Monomere der Gruppe []_c der Komponente (B) sind die folgenden

- 5 Alkyl-Ester bzw. Alkyl-Amide der Acrylsäure und Methacrylsäure: Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, Isobutyl-, 2-Ethoxyethyl-, Myristyl-, Octadecyl-, besonders bevorzugt 2-Ethylhexyl- und Lauryl-.

Im Fall der Sulfosuccinate der Komponente (B) werden die nichtionischen

- 10 Copolymeren beispielsweise zunächst mit Maleinsäureanhydrid verestert. Anschließend wird der erhaltene Maleinsäuremonoester sulfoniert. Hierzu wird dieser beispielsweise in einer wässrigen Lösung mit Natriumsulfit oder Natriumpyrosulfit umgesetzt.

- 15 Die Sulfatester der Komponente (B) werden beispielsweise durch Umsetzung der nichtionischen Copolymeren mit Amidosulfonsäure hergestellt.

Durch Carboxymethylierung, beispielsweise mit Natriumchloracetat, können die terminalen Hydroxyfunktionen in die entsprechenden Polyethercarboxylate, Komponente (B), überführt werden.

- 20 Die Phosphorsäureester der Komponente (B) können beispielsweise durch die Umsetzung einer Schmelze des nichtionischen Copolymers mit Polyphosphorsäure oder Phosphorpentoxid erhalten werden. Bei dieser Reaktion können sowohl Phosphorsäuremonoester als auch -diester und -triester erhalten werden.

- 25 Als Komponente (C) werden beispielsweise kationische, anionische, amphotere oder nicht ionogene Verbindungen verwendet, die die Pigmentbenetzung fördern (Netzmittel, Benetzer).

- 30 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 hierfür verwendet. Besonders bewährt haben sich darunter

Dispergiermittel, die eine oder mehrere mittel- oder langkettige Kohlenwasserstoffketten besitzen, zum Teil auch solche, die über aromatische Ringgruppen verfügen. Von der Vielzahl der Verbindungen soll an dieser Stelle nur eine Auswahl angeführt werden, ohne jedoch die Anwendbarkeit der

- 5 erfindungsgemäßen Verbindungen auf diese Beispiele einzuschränken. Beispiele sind Alkylsulfate wie z.B. Laurylsulfat, Stearylsulfat oder Octadecylsulfat, primäre Alkylsulfonate wie z.B. Dodecylsulfonat, und sekundäre Alkylsulfonate, insbesondere das C₁₃-C₁₇-Alkansulfonat-Natriumsalz, Alkylphosphate, Alkylbenzolsulfonate wie beispielsweise die Dodecylbenzolsulfonsäure, ebenso 10 alle Salze dieser Verbindungen. Ferner eignet sich Sojalecithin oder es werden Kondensationsprodukte aus Fettsäure und Taurin oder Hydroxyethansulfonsäure verwendet, ebenso Alkoxylierungsprodukte von Alkylphenolen, Rizinusölkolophoniumestern, Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren und 15 Fettsäureamiden, diese Alkoxylierungsprodukte können desgleichen mit ionischen Endgruppen ausgestattet sein, beispielsweise als Sulfobernsteinsäure-Halbester oder auch als Sulfonsäure-, Schwefelsäure- und Phosphorsäureester, sowie deren Salze, den Sulfonaten, Sulfaten oder Phosphaten. Auch sind oxalkylierte Additionsverbindungen, die durch Umsetzung von Polyepoxiden mit Aminen oder 20 Bisphenol-A bzw. Bisphenol-A-Derivaten mit Aminen erhalten werden, geeignet, in ähnlicher Weise auch Harnstoffderivate.

- Ebenso eignen sich nichtionische alkoxylierte Styrol-Phenol-Kondensate, die durch Anlagerung von gegebenenfalls substituierten Styrolen an gegebenenfalls substituierten Phenolen und Umsetzung mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid 25 erhalten werden, ebenso deren ionisch modifizierten Derivate, beispielsweise als Sulfonsäure-, Schwefelsäure- und Phosphorsäureester, sowie deren Salze, den Sulfonaten, Sulfaten oder Phosphaten. Zudem eignen sich als grenzflächenaktive Verbindungen auch Ligninsulfonate und Polykondensate aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd bzw. auch aus Alkylarylsulfonsäuren, 30 Halogenarylsulfonsäure, sulfonierte Phenolen oder sulfonierte Naphtholen mit Formaldehyd.

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,

- 5 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,
- 10 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
- 15 anschließend die Polymere mit Vinylacetatbausteinen einer Verseifung zum Vinylalkohol unterzogen werden können.

Als Komponente (F) werden beispielsweise Verdicker, Konservierungsmittel, Viskositätsstabilisatoren, Mahlhilfsmittel und Füllstoffe eingesetzt. Weitere übliche

- 20 Zusatzstoffe können Antiabsetzmittel, Lichtschutzmittel, Antioxidantien, Entgaser/Entschäumer, schaumreduzierende Mittel sein, Antibackmittel sowie Additive, welche 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
- 25 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.
- 30 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,

- 5 Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure, Linolensäure, Capronsäure, Caprylsäure, Arachinsäure, Behensäure, Palmitoleinsäure, Gadoleinsäure, Erucasäure und Ricinolsäure, sowie deren Salze.

Zur Herstellung der Pigmentpräparationen benutztes Wasser, Komponente (G),

- 10 wird vorzugsweise in Form von entsalztem oder destilliertem Wasser eingesetzt. Auch Trinkwasser (Leitungswasser) und/oder Wasser natürlichen Ursprungs kann verwendet werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung der

- 15 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
- 20 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
- 25 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 Hochleistungsperlühlen verwendet werden.

- 30 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.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eignen sich zum Pigmentieren und

- 5 Färben von natürlichen und synthetischen Materialien aller Art, insbesondere von wässrigen Anstrichmitteln, Dispersions- und Lackfarben, wasserverdünnbaren Lacken, Tapetenfarben und Druckfarben, zum Einfärben von Papier und Papierpulpe, zur Papiermassefärbung, zur Färbung von Papieroberflächen und Streichfarben, zur Papierherstellung und zum Einfärben von Kartonagen und
- 10 Textilien.

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

- 15 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,
- 20 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,
- 25 Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunsthärze, 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
- 30 Polyester, Gummi, Casein, Latices, Silikon, Silikonharze, einzeln oder in Mischung.

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 Bubble-Jet- oder Piezo-Verfahren beruhen. Mit diesen Drucktinten können Papier bedruckt werden,

5 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,

10 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.

15

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

20 Spezialtoner. Typische Tonerbindemittel hierbei sind Polymerisations-,

Polyadditions- und 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

25 Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen als Farbmittel in Tinten, vorzugsweise Ink-Jet Tinten, wie z. B. auf wässriger oder nichtwässriger

30 Basis ("Solvent Based"), Mikroemulsionstinten, UV-härtbare Tinten sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-Melt-Verfahren funktionieren, geeignet.

Außerdem können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen auch als Farbmittel für Farbfilter („Color Filter“) für „Flat 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 5 elektronisches Papier („Electronic Paper“ bzw. „e-paper“) eingesetzt werden.

Beispiele

10 Herstellung der Dispergiermittel (B):

Synthesebeispiel 1

In einem Kolben mit Rührer, Rückflusskühler, Innenthermometer und Stickstoffeinleitung wurden 258 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat

15 (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 136,4 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 71,6 g Styrol und 16,5 g 1-Dodecanthiol in 660 ml tert. Butanol unter Stickstoffeinleitung vorgelegt. Dann wurde unter Rühren auf eine Temperatur von 80 °C aufgeheizt. Nach Erreichen der Reaktionstemperatur wurde 16,5 g des Initiators AMBN, gelöst in 130 ml Isobutanol, innerhalb 1 Stunde zudosiert.

20 Anschließend wurde noch weitere 5 Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wurde das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Das so erhaltene Polymer wurde unter Stickstoff in einem Kolben mit 32,7 g Amidosulfonsäure und 1,0 g Harnstoff vorgelegt. Dann wurde unter Rühren für 4 Stunden auf 100 °C erwärmt. Anschließend wurde mit 50 %iger Natronlauge der 25 pH-Wert auf 6,5-7,5 eingestellt. Über NMR-Spektroskopie konnte ein Umsetzungsgrad von > 95 % zum entsprechenden Schwefelsäureester-Ammoniumsalz ermittelt werden.

30 Die nachfolgenden Synthesebeispiele 2 bis 4 werden analog Synthesebeispiel 1 unter Einsatz der folgenden Ausgangsstoffe durchgeführt:

Synthesebeispiel 2

210 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares EO/PO-Verhältnis 1,7), 79,2 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 41,6 g Styrol, 57,1 g Amidosulfonsäure, 1,8 g Harnstoff.

5

Synthesebeispiel 3

258 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 87,5 g Laurylmethacrylat, 35,8 g Styrol, 32,7 g Amidosulfonsäure, 1,0 g Harnstoff.

Synthesebeispiel 4

210 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares EO/PO-Verhältnis 1,7), 101,6 g Laurylmethacrylat, 41,6 g Styrol, 57,1 g Amidosulfonsäure, 1,0 g Harnstoff.

Synthesebeispiel 5

In einem Kolben mit Rührer, Rückflusskühler, Innenthermometer und Stickstoffeinleitung wurden 363 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 1.100, molares EO/PO-Verhältnis 10,2, 70 %ig in t-Butanol), 117,3 g Laurylmethacrylat, 48,0 g Styrol und 11,1 g 1-Dodecanthiol in 730 ml tert.

20 Butanol unter Stickstoffeinleitung vorgelegt. Dann wurde unter Rühren auf eine Temperatur von 80 °C aufgeheizt. Nach Erreichen der Reaktionstemperatur wurde 11,1 g des Initiators AMBN, gelöst in 150 ml Isobutanol, innerhalb 1 Stunde zudosiert. Anschließend wurde noch weitere 5 Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wurde das Lösungsmittel im 25 Vakuum entfernt. Das so erhaltene Copolymer wurde unter Stickstoff in einem Kolben vorgelegt. Dann wurde 22,7 g Maleinsäureanhydrid und 0,7 g Natriumhydroxid zugegeben und unter Rühren auf eine Temperatur von 75 bis 85 °C aufgeheizt. Bei dieser Temperatur wurde drei Stunden lang gerührt und anschließend 292 g wässrige Natriumsulfatlösung (10 %ig) zudosiert. Bei 30 60 bis 70 °C wurde bis zur Vollendung der Reaktion gerührt und schließlich der pH-Wert mit 50 %iger Natronlauge auf pH 7 eingestellt.

Die nachfolgenden Synthesebeispiele 6 bis 23 werden analog Synthesebeispiel 5 unter Einsatz der folgenden Ausgangsstoffe durchgeführt:

Synthesebeispiel 6

5 452 g Polyalkylen glykolmonomethacrylat (Molmasse 2.000, molares EO/PO-Verhältnis 20,5, 70 %ig in t-Butanol), 80,4 g Laurylmethacrylat, 32,9 g Styrol, 15,5 g Maleinsäureanhydrid, 0,5 g Natriumhydroxid, 199 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 7

210 g Polyalkylen glykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares EO/PO-Verhältnis 1,7), 202,8 g Stearyl methacrylat, 62,4 g Styrol, 58,8 g Maleinsäureanhydrid, 1,9 g Natriumhydroxid, 756 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

15

Synthesebeispiel 8

258 g Polyalkylen glykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 38,2 g Isobornylmethacrylat, 30,3 g Benzylmethacrylat, 33,7 g Maleinsäureanhydrid, 1,1 g Natriumhydroxid, 433 g wässrige

20 Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 9

363 g Polyalkylen glykolmonomethacrylat (Molmasse 1.100, molares EO/PO-Verhältnis 10,2, 70 % in t-Butanol), 39,3 g Tetrahydrofurfurylmethacrylat, 25 87,8 g Phenethylmethacrylat, 22,7 g Maleinsäureanhydrid, 0,7 g Natriumhydroxid, 292 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 10

452 g Polyalkylen glykolmonomethacrylat (Molmasse 2.000, molares EO/PO-Verhältnis 20,5, 70 %ig in t-Butanol), 25,0 g 2-Ethoxyethylmethacrylat, 29,7 g 1-Vinylimidazol, 15,5 g Maleinsäureanhydrid, 0,5 g Natriumhydroxid, 199 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 11

210 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares EO/PO-Verhältnis 1,7), 69,0 g Laurylacrylat, 52,8 g Benzylmethacrylat, 58,8 g Maleinsäureanhydrid, 1,9 g Natriumhydroxid, 755 g wässrige

- 5 Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 12

258 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 38,2 g 1-Vinyl-2-Pyrrolidon, 107,3 g Styrol,

- 10 33,7 g Maleinsäureanhydrid, 1,1 g Natriumhydroxid, 433 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 13

452 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 2000, molares

- 15 EO/PO-Verhältnis 20,5, 70 %ig in t-Butanol), 31,3 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 27,8 g Benzylmethacrylat, 15,5 g Maleinsäureanhydrid, 0,5 g Natriumhydroxid, 199 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 14

20 363 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 1.100, molares

- EO/PO-Verhältnis 10,2, 70 % in t-Butanol), 58,7 g Laurylmethacrylat, 43,9 g Phenethylmethacrylat, 22,7 g Maleinsäureanhydrid, 0,7 g Natriumhydroxid, 292 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

25 **Synthesebeispiel 15**

258 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares

EO/PO-Verhältnis 6,3), 116,3 g Stearylmethacrylat,

70,9 g 2-Phenoxyethylmethacrylat, 33,7 g Maleinsäureanhydrid,

1,1 g Natriumhydroxid, 433 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

30

Synthesebeispiel 16

210 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares

EO/PO-Verhältnis 0,43), 72,0 g Laurylacrylat, 52,8 g Benzylmethacrylat,

58,8 g Maleinsäureanhydrid, 1,9 g Natriumhydroxid, 755 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 17

5 258 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 0,22), 87,5 g Laurylmethacrylat, 35,8 g Styrol, 33,7 g Maleinsäureanhydrid, 1,1 g Natriumhydroxid, 433 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

10 Synthesebeispiel 18

363 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 1.100, molares EO/PO-Verhältnis 0,30, 70 % in t-Butanol), 58,7 g Laurylmethacrylat, 43,9 g Phenethylmethacrylat, 22,7 g Maleinsäureanhydrid, 0,7 g Natriumhydroxid, 292 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

15

Synthesebeispiel 19

388 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 68,2 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 35,8 g Styrol, 50,7 g Maleinsäureanhydrid, 1,7 g Natriumhydroxid, 652 g wässrige

20 Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 20

517 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares EO/PO-Verhältnis 6,3), 68,2 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 35,8 g Styrol,

25 67,6 g Maleinsäureanhydrid, 2,2 g Natriumhydroxid, 869 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 21

280 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares

30 EO/PO-Verhältnis 1,7), 79,2 g 2-Ethylhexylmethacrylat, 41,6 g Styrol, 78,5 g Maleinsäureanhydrid, 2,6 g Natriumhydroxid, 1.009 g wässrige Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 22

387 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 750, molares

EO/PO-Verhältnis 6,3), 87,5 g Laurylmethacrylat, 35,8 g Styrol,

50,6 g Maleinsäureanhydrid, 1,7 g Natriumhydroxid, 650 g wässrige

5 Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Synthesebeispiel 23

267 g Polyalkylenglykolmonomethacrylat (Molmasse 350, molares

EO/PO-Verhältnis 1,7), 101,6 g Laurylmethacrylat, 41,6 g Styrol,

10 74,8 g Maleinsäureanhydrid, 2,4 g Natriumhydroxid, 961 g wässrige

Natriumsulfitlösung (10 %ig).

Herstellung einer Pigmentpräparation:

- 15 Das Pigment wurde, entweder als Pulver, Granulat oder als Prässkuchen, 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 20 mit Hilfe einer Perlmühle (z. B. mit AE3-M1 von VMA-Getzmann) oder einem anderen geeigneten Dispergieraggregat, wobei die Mahlung mit Siliquatritperlen 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 25 Pigmentendkonzentration eingestellt, die Mahlkörper abgetrennt und die Pigmentpräparation isoliert.

Die in den folgenden Beispielen beschriebenen Pigmentpräparationen wurden nach dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellt, wobei die Bestandteile in 30 den angegebenen Mengen so verwendet wurden, dass 100 Teile der jeweiligen Pigmentpräparation entstehen. In den nachfolgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile.

Beurteilung einer Pigmentpräparation

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

- 5 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
- 10 (Wasserbasis, 20 % TiO₂).

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

- 15 Farbstärke und Farbton ermittelt.

Die Bestimmung des Schaumvermögens erfolgte nach einer internen Methode, um hohe Fließgeschwindigkeiten der Dispersionen zu simulieren. Dazu wurden die mit Wasser auf 2 % verdünnten Dispersionen mittels einer Schlauchpumpe mit

- 20 hoher Fließgeschwindigkeit kontinuierlich in einen Glaszylinder gespritzt und die Höhe des entstehenden Schaums beurteilt.

Die Scherstabilität der Pigmentpräparationen wurde durch eine interne Messmethode ermittelt. Dazu wurden mit Hilfe kationischer Epichlorhydrinharze

- 25 die Pigmentteilchen der Dispersion in einer Zellstoffsuspension geflockt. 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.

- 30 Die Viskosität wurde mit einem Kegel-Platte-Viskosimeter (Roto Visco 1) der Firma Haake bei 20 °C bestimmt (Titankegel: Ø 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

5 Lagerung bei 50 °C.

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

10 der jeweiligen Pigmentpräparation entstehen. In den nachfolgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile.

Beispiel 1

15	50 Teile	Komponente (A), C.I. Pigment Blue 15
	6 Teile	Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend Synthesebeispiel 21
	2 Teile	Komponente (C), Benetzer
	10 Teile	Komponente (E), Ethylenglykol
	0,2 Teile	Komponente (F), Konservierungsmittel
20	Rest	Komponente (G), Wasser

Die Pigmentpräparation hat in den Weißdispersionen eine hohe Farbstärke und ist stabil. Der Rub-Out-Test zeigt keine Farbstärkeunterschiede im Vergleich zur nachgeriebenen Fläche. Bei der Papiereinfärbung ergibt die Präparation eine hohe

25 Farbstärke mit reinem Farbton. Der Verlust an Farbstärke im Scher-Test beträgt 4 %. Im Schaumtest zeigt die Präparation keine Tendenz zum Schäumen. Die Präparation erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, da sie nach 28 Tagen Lagerung bei 50 °C ebenfalls noch gut fließfähig ist. Die Viskosität nach der Herstellung beträgt 488 mPa·s.

Beispiel 2

- | | |
|-----------|---|
| 45 Teile | Komponente (A), C.I. Pigment Red 112 |
| 8 Teile | Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend Synthesebeispiel 23 |
| 5 1 Teil | Komponente (C), Benetzer |
| 10 Teile | Komponente (E), Glycerin |
| 0,2 Teile | Komponente (F), Konservierungsmittel |
| Rest | Komponente (G), Wasser |
- 10 Die Pigmentpräparation hat in den Weißdispersionen eine hohe Farbstärke und ist stabil. Der Rub-Out-Test zeigt keine Farbstärkeunterschiede im Vergleich zur nachgeriebenen Fläche. Bei der Papiereinfärbung ergibt die Präparation eine hohe Farbstärke mit reinem Farbton. Der Verlust an Farbstärke im Schertest beträgt 2 %. Im Schaumtest zeigt die Präparation nur eine sehr geringe Tendenz zum Schäumen, wobei die Schaumblasen schnell wieder zerfallen. Die Präparation erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil, da sie nach 28 Tagen Lagerung bei 50 °C ebenfalls noch gut fließfähig ist. Die Viskosität nach der Herstellung beträgt 604 mPa·s.

20 Beispiel 3

- | | |
|-------------|---|
| 40 Teile | Komponente (A), C.I. Pigment Violet 23 |
| 12 Teile | Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend Synthesebeispiel 17 |
| 3 Teile | Komponente (C), Benetzer |
| 25 10 Teile | Komponente (E), Ethylenglykol |
| 0,2 Teile | Komponente (F), Konservierungsmittel |
| Rest | Komponente (G), Wasser |

- 30 Die Pigmentpräparation hat in den Weißdispersionen eine hohe Farbstärke und ist stabil. Der Rub-Out-Test zeigt nur sehr geringe Farbstärkeunterschiede im Vergleich zur nachgeriebenen Fläche. Bei der Papiereinfärbung ergibt die Präparation eine hohe Farbstärke mit reinem Farbton. Der Verlust an Farbstärke im Schertest beträgt 5 %. Im Schaumtest zeigt die Präparation keine Tendenz

zum Schäumen. Die Präparation erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil. Die Viskosität nach der Herstellung beträgt 196 mPa·s.

Beispiel 4

5

44 Teile	Komponente (A), C.I. Pigment Red 170
8 Teile	Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend Synthesebeispiel 1
1 Teil	Komponente (C), Benetzer
5 Teile	Komponente (E), Propylenglycol
10. 0,2 Teile	Komponente (F), Konservierungsmittel
Rest	Komponente (G), Wasser

Die Pigmentpräparation hat in den Weißdispersionen eine hohe Farbstärke und ist stabil. Der Rub-Out-Test zeigt keine Farbstärkeunterschiede im Vergleich zur 15 nachgeriebenen Fläche. Bei der Papiereinfärbung ergibt die Präparation eine hohe Farbstärke mit reinem Farbton. Es gibt keinen Verlust an Farbstärke im Schertest. Im Schaumtest zeigt die Präparation keine Tendenz zum Schäumen. Die Präparation erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil. Die Viskosität nach der Herstellung beträgt 383 mPa·s.

20

Beispiel 5

45 Teile	Komponente (A), C.I. Pigment Orange 13
9 Teile	Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend Synthesebeispiel 9
25 1,5 Teile	Komponente (C), Benetzer
10 Teile	Komponente (E), Ethylenglycol
0,2 Teile	Komponente (F), Konservierungsmittel
Rest	Komponente (G), Wasser

30 Die Pigmentpräparation hat in den Weißdispersionen eine hohe Farbstärke und ist stabil. Der Rub-Out-Test zeigt keine Farbstärkeunterschiede im Vergleich zur nachgeriebenen Fläche. Bei der Papiereinfärbung ergibt die Präparation eine hohe Farbstärke mit reinem Farbton. Der Verlust an Farbstärke im Schertest beträgt

5 %. Im Schaumtest zeigt die Präparation keine Tendenz zum Schäumen. Die Präparation erweist sich als gut fließfähig und lagerstabil. Die Viskosität nach der Herstellung beträgt 754 mPa·s.

- 5 Weitere Beispiele zu Pigmentpräparationen sind in der folgenden Tabelle enthalten. Es wird jeweils eine 40 %ige Pigmentpräparationen hergestellt auf Basis Pigment Yellow 83 nach folgendem Rezept:

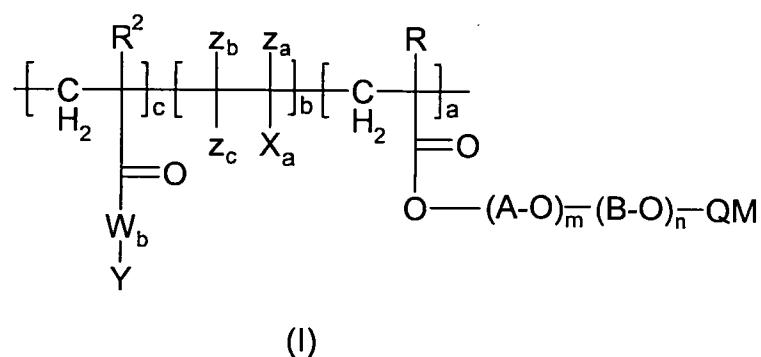
40,0 Teile	Komponente (A), C.I. Pigment Yellow 83
10 10,0 Teile	Komponente (B), Dispergiermittel entsprechend der Formel (I) oder (II), aus dem Synthesebeispiel wie in der Tabelle angegeben
2,0 Teile	Komponente (C), Benetzer
10,0 Teile	Komponente (E), Propylenglykol
0,2 Teile	Komponente (F), Konservierungsmittel
15 Rest	Komponente (G), Wasser

Synthesebeispiel Nr.	Farbstärke in Weiß- dispersion %	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier %	Farbstärke- verlust im Schertest %	Schaumbildung im Schaumtest %	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung mPas	Lager- stabilität
1	101	kein Rub-out	105	3	keine Schaumbildung	sehr gut	295	sehr gut
2	98	geringer Rub-out	100	1	keine Schaumbildung	gut	943	gut
3	98	kein Rub-out	102	0	sehr geringe Schaumbildung	sehr gut	321	sehr gut
4	105	kein Rub-out	101	4	keine Schaumbildung	gut	620	gut
5	101	kein Rub-out	99	3	keine Schaumbildung	sehr gut	199	sehr gut
6	95	geringer Rub-out	102	0	keine Schaumbildung	sehr gut	428	sehr gut
7	100	kein Rub-out	104	1	keine Schaumbildung	sehr gut	224	sehr gut
8	108	kein Rub-out	106	4	keine Schaumbildung	sehr gut	355	ausreichend
9	104	kein Rub-out	98	5	geringe Schaumbildung	gut	768	gut
10	98	kein Rub-out	102	2	keine Schaumbildung	sehr gut	464	sehr gut
11	110	leichter Rub-out	108	4	keine Schaumbildung	sehr gut	472	sehr gut
12	101	kein Rub-out	95	0	keine Schaumbildung	gut	861	gut

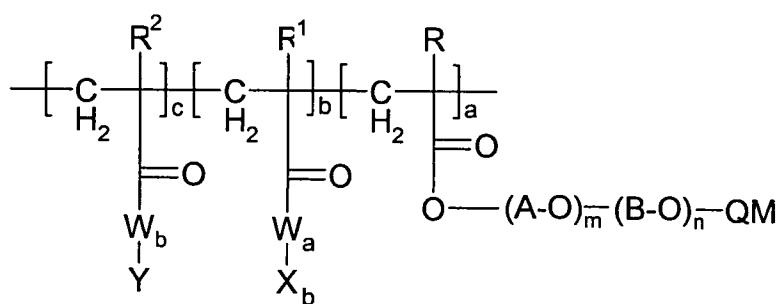
Synthesebeispiel	Farbstärke in Weiß-dispersion %	Rub-Out-Test	Farbstärke im Papier %	Farbstärkeverlust im Scherertest %	Schaumbildung im Schaumtest %	Fließfähigkeit der Dispersion	Viskosität nach Herstellung mPa·s	Lagerstabilität
13	104	kein Rub-out	99	2	keine Schaumbildung	sehr gut	169	sehr gut
14	100	kein Rub-out	102	1	keine Schaumbildung	sehr gut	678	gut
15	106	kein Rub-out	103	5	keine Schaumbildung	sehr gut	595	sehr gut
16	101	kein Rub-out	105	3	geringe Schaumbildung	sehr gut	437	gut
17	97	geringer Rub-out	100	1	keine Schaumbildung	sehr gut	512	gut
18	103	kein Rub-out	101	0	keine Schaumbildung	sehr gut	284	sehr gut
19	99	kein Rub-out	103	1	keine Schaumbildung	sehr gut	152	sehr gut
20	107	kein Rub-out	105	3	keine Schaumbildung	sehr gut	615	gut
21	99	kein Rub-out	110	5	keine Schaumbildung	sehr gut	541	gut
22	101	kein Rub-out	102	3	keine Schaumbildung	sehr gut	477	sehr gut
23	102	kein Rub-out	101	2	keine Schaumbildung	sehr gut	210	sehr gut

Patentansprüche:

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



(I)



(II)

- 10 wobei
 die Indices a, b und c den molaren Anteil des jeweiligen Monomeren angeben
 $a = 0,01 - 0,8$
 $b = 0,001 - 0,8$
 $c = 0,001 - 0,8$
- 15 wobei die Summe aus a + b + c gleich 1 ist, und
 A für C₂-C₄-Alkylen und
 B für ein von A unterschiedliches C₂-C₄-Alkylen steht,
 R für Wasserstoff oder Methyl steht,
 m eine Zahl von 1 bis 500 ist;

n eine Zahl von 1 bis 500 ist;

wobei die Summe m + n gleich 2 bis 1.000 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 (C₁-C₄)-Alkyl steht,

Z_b für H oder (C₁-C₄)-Alkyl steht,

Z_c für H oder (C₁-C₄)-Alkyl steht;

R¹ 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,

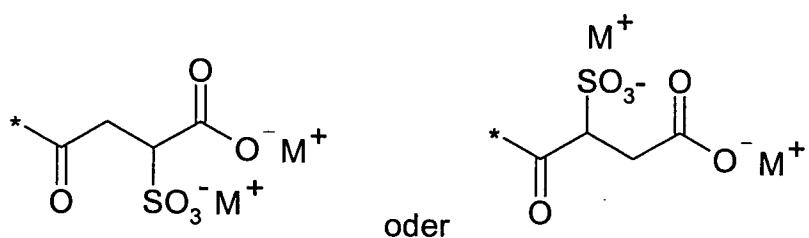
R² für Wasserstoff oder Methyl steht,

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 SO₃, CH₂COO oder PO₃M steht;

oder QM bedeutet:



wobei

M für H, ein einwertiges Metallkation, ein zweiwertiges Metallkation, NH₄⁺, 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,
- 5 (F) gegebenenfalls weitere zur Herstellung wässriger Pigmentdispersionen übliche Zusatzstoffe, und
- (G) Wasser.

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

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

15 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.-%,

20 (D) 0 bis 20 Gew.-%,
(E) 0 bis 30 Gew.-%,
(F) 0 bis 20 Gew.-%,
(G) Rest Wasser,

jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

25 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.-%,
30 (C) 0,1 bis 5 Gew.-%,
(D) 1 bis 10 Gew.-%,
(E) 5 bis 20 Gew.-%,

(F) 0,1 bis 5 Gew.-%,
(G) Rest Wasser,
jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

- 5 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-,
10 Thioindigo-, Anthranthon-, 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, 15 dadurch gekennzeichnet, dass in Komponente (B) die Alkylenoxideinheiten $(A-O)_m$ und $(B-O)_n$ blockartig angeordnet sind.
8. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass in Komponente (B) $(A-O)_m$ für Propylenoxid- 20 Einheiten und $(B-O)_n$ für Ethylenoxid-Einheiten, oder $(A-O)_m$ für Ethylenoxid-Einheiten und $(B-O)_n$ für Propylenoxid-Einheiten stehen, wobei der molare Anteil der Ethylenoxid-Einheiten 50 bis 98 %, bezogen auf die Summe der Ethylenoxid- und Propylenoxid-Einheiten, beträgt.
- 25 9. Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass in Komponente (B) die ionischen Endgruppen QM gemäß Formel (I) oder (II) Sulfosuccinate sind.
10. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentpräparation nach mindestens 30 einem der Ansprüche 1 bis 9, 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

- 5 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 vordispersiert wird.

11. Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der

- 10 Ansprüche 1 bis 9 zum Pigmentieren natürlicher oder synthetischer Materialien.

12. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren von wässrigen

Anstrichmitteln, Dispersions- und Lackfarben, wasserverdünnbaren Lacken,

Tapetenfarben und Druckfarben, zum Einfärben von Papier und Papierpulpe, zur

- 15 Papiermassefärbung, zur Färbung von Papieroberflächen und Streichfarben, zur Papierherstellung und zum Einfärben von Kartonagen und Textilien.

13. Verwendung nach Anspruch 11 zum Pigmentieren von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, Cellulosefasern, Laminateinfärbung sowie zur

- 20 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,

- 25 Wachsen, Paraffinen, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmitteln, Schuhpflegemitteln, Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/003454

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV.	B01F17/00	C08L33/14	C08L51/08
	C09D17/00	C09D7/02	C08L53/00
			C08L71/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01F C04B C08F C08G C08L C09B C09D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 22 March 2007 (2007-03-22), YASUI, KENGO ET AL: "Aqueous pigment dispersions and water-thinned inks for ink-jet recording with excellent gloss" XP002492659 retrieved from STN Database accession no. 2007:326494 abstract -& JP 2007 070567 A (DAINIPPON INK AND CHEMICALS, INC., JAPAN) 22 March 2007 (2007-03-22) paragraphs [0002], [0007], [0015] - [0025], [0052] - [0054], [0057] - [0077]; claims 1-5; table 1 ----- -/-</p>	1-8, 10-13

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

20 August 2008

Date of mailing of the international search report

04/09/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer:

Meiners, Christian

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/003454

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 02/051948 A (BASF CORP [US]; RAMESH SWAMINATHAN [US]; LANZA JOANN [US]; HARRIS PAUL) 4 July 2002 (2002-07-04) page 14, line 12 – page 15, line 3 page 18, line 18 – page 23, line 13 claims 1-8 -----	1-13
X	EP 0 458 245 A (NIPPON PAINT CO LTD [JP]) 27 November 1991 (1991-11-27) claims 1,8 -----	1-8, 10-13
A	EP 0 567 214 A (ICI PLC [GB]) 27 October 1993 (1993-10-27) examples 1-28 page 4, line 22 – line 34 -----	1-13
A	EP 1 721 941 A (CLARIANT PRODUKTE DEUTSCHLAND [DE]) 15 November 2006 (2006-11-15) cited in the application the whole document -----	1-13
A	US 5 484 851 A (FOCK JUERGEN [DE]) 16 January 1996 (1996-01-16) claim 1 column 2, line 19 – line 24 column 3, line 13 – column 4, line 5 -----	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2008/003454

Patient document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2007070567	A	22-03-2007	NONE	
WO 02051948	A	04-07-2002	AT 334175 T CA 2430991 A1 DE 60121824 T2 EP 1366123 A2 ES 2267859 T3 MX PA03003284 A US 2004048959 A1 US 2002132890 A1	15-08-2006 04-07-2002 09-08-2007 03-12-2003 16-03-2007 07-08-2003 11-03-2004 19-09-2002
EP 0458245	A	27-11-1991	AU 634061 B2 AU 7721791 A CA 2042935 A1 DE 69105818 D1 DE 69105818 T2 JP 2114275 C JP 4025578 A JP 8022991 B US 5151125 A	11-02-1993 21-11-1991 22-11-1991 26-01-1995 18-05-1995 06-12-1996 29-01-1992 06-03-1996 29-09-1992
EP 0567214	A	27-10-1993	AT 152141 T AU 3705293 A CA 2092598 A1 CN 1077718 A DE 69310011 D1 DE 69310011 T2 ES 2100455 T3 JP 2113497 C JP 6100642 A JP 8019201 B NZ 247206 A US 5349036 A ZW 4293 A1	15-05-1997 28-10-1993 22-10-1993 27-10-1993 28-05-1997 28-08-1997 16-06-1997 21-11-1996 12-04-1994 28-02-1996 22-12-1994 20-09-1994 15-12-1993
EP 1721941	A	15-11-2006	DE 102005019747 B3 JP 2006321998 A US 2006247347 A1	01-06-2006 30-11-2006 02-11-2006
US 5484851	A	16-01-1996	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/003454

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 INV. B01F17/00 C08L33/14 C08L51/08 C08L53/00 C08L71/02
 C09D17/00 C09D7/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprässtoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 B01F C04B C08F C08G C08L C09B C09D

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprässtoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; 22. März 2007 (2007-03-22), YASUI, KENGO ET AL: "Aqueous pigment dispersions and water-thinned inks for ink-jet recording with excellent gloss" XP002492659</p> <p>gefunden im STN Database accession no. 2007:326494</p> <p>Zusammenfassung -& JP 2007 070567 A (DAINIPPON INK AND CHEMICALS, INC., JAPAN) 22. März 2007 (2007-03-22) Absätze [0002], [0007], [0015] – [0025], [0052] – [0054], [0057] – [0077]; Ansprüche 1-5; Tabelle 1</p> <p>----- -/-</p>	1-8, 10-13



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldeatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchebericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Nutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldeatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsatum veröffentlicht worden ist
- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldeatum oder dem Prioritätsatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
20. August 2008	04/09/2008
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Meiners, Christian

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/003454

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 02/051948 A (BASF CORP [US]; RAMESH SWAMINATHAN [US]; LANZA JOANN [US]; HARRIS PAUL) 4. Juli 2002 (2002-07-04) Seite 14, Zeile 12 - Seite 15, Zeile 3 Seite 18, Zeile 18 - Seite 23, Zeile 13 Ansprüche 1-8	1-13
X	EP 0 458 245 A (NIPPON PAINT CO LTD [JP]) 27. November 1991 (1991-11-27) Ansprüche 1,8	1-8, 10-13
A	EP 0 567 214 A (ICI PLC [GB]) 27. Oktober 1993 (1993-10-27) Beispiele 1-28 Seite 4, Zeile 22 - Zeile 34	1-13
A	EP 1 721 941 A (CLARIANT PRODUKTE DEUTSCHLAND [DE]) 15. November 2006 (2006-11-15) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-13
A	US 5 484 851 A (FOCK JUERGEN [DE]) 16. Januar 1996 (1996-01-16) Anspruch 1 Spalte 2, Zeile 19 - Zeile 24 Spalte 3, Zeile 13 - Spalte 4, Zeile 5	1-13

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/003454

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 2007070567	A	22-03-2007	KEINE	
WO 02051948	A	04-07-2002	AT 334175 T CA 2430991 A1 DE 60121824 T2 EP 1366123 A2 ES 2267859 T3 MX PA03003284 A US 2004048959 A1 US 2002132890 A1	15-08-2006 04-07-2002 09-08-2007 03-12-2003 16-03-2007 07-08-2003 11-03-2004 19-09-2002
EP 0458245	A	27-11-1991	AU 634061 B2 AU 7721791 A CA 2042935 A1 DE 69105818 D1 DE 69105818 T2 JP 2114275 C JP 4025578 A JP 8022991 B US 5151125 A	11-02-1993 21-11-1991 22-11-1991 26-01-1995 18-05-1995 06-12-1996 29-01-1992 06-03-1996 29-09-1992
EP 0567214	A	27-10-1993	AT 152141 T AU 3705293 A CA 2092598 A1 CN 1077718 A DE 69310011 D1 DE 69310011 T2 ES 2100455 T3 JP 2113497 C JP 6100642 A JP 8019201 B NZ 247206 A US 5349036 A ZW 4293 A1	15-05-1997 28-10-1993 22-10-1993 27-10-1993 28-05-1997 28-08-1997 16-06-1997 21-11-1996 12-04-1994 28-02-1996 22-12-1994 20-09-1994 15-12-1993
EP 1721941	A	15-11-2006	DE 102005019747 B3 JP 2006321998 A US 2006247347 A1	01-06-2006 30-11-2006 02-11-2006
US 5484851	A	16-01-1996	KEINE	