

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



[12] 发明专利说明书

C09B 67/20 (2006.01)

C09B 67/08 (2006.01)

C09C 3/00 (2006.01)

专利号 ZL 200380105072.2

[45] 授权公告日 2008 年 7 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 100400603C

[22] 申请日 2003.11.24

[21] 申请号 200380105072.2

[30] 优先权

[32] 2002.12.4 [33] CH [31] 20022046/02

[86] 国际申请 PCT/EP2003/050874 2003.11.24

[87] 国际公布 WO2004/050771 英 2004.6.17

[85] 进入国家阶段日期 2005.6.3

[73] 专利权人 西巴特殊化学品控股有限公司

地址 瑞士巴塞尔

[72] 发明人 P·巴利洛

[56] 参考文献

US3843380A 1974.10.22

US4056402A 1977.11.1

EP0466646A1 1992.1.15

DE2841566A 1980.4.3

US5455288A 1995.10.3

GB842791A 1960.7.27

US4264552A 1981.4.28

审查员 韩 涛

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 张元忠 赵苏林

权利要求书 3 页 说明书 9 页

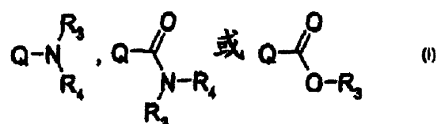
[54] 发明名称

通过喷雾干燥可得到的无尘色料组合物

[57] 摘要

本发明涉及一种组合物，其中含有 92 - 97% 重量的色料和 3 - 8% 重量黏合剂，在基于组合物的每种情况下，其中的黏合剂是混合物，其中含有：5 - 60% 重量(基于黏合剂重量)的改性纤维素，其中平均每个葡萄糖单元有 0.5 - 1.4 个羟基氢原子被 R₁ 取代，有 0.25 - 0.6 个羟基氢原子被 R₂ 取代，或者 0.5 - 1.4 个羟基氢原子被 R₁ 取代和 0 - 0.6 个羟基氢原子被 R₂ 取代；和 40 - 95% 重量(基于黏合剂)的式(I)化合物，其中 Q 是含有 8 - 24 个碳原子的烃基，它们是未取代的或被 1 - 3 个羟基或 OR₁ 取代，每个 R₁ 独立于任何其它 R₁，是 C₁ - C₄ 烷基或 C₁ - C₄ 烷基羰基，每个 R₂ 独立于任何其它 R₂，是不同于 R₁ 的有机基团，并且含有 2 - 10 个碳原子，0 - 4 个氧和 0 - 2 个氮原子，以及 R₃ 和 R₄ 每个独立地是另外的氢，R₁，R₂，C₅ - C₈ 烷基，C₅ - C₈ 烷基

羰基，C₅ - C₈ 链烯基，C₅ - C₈ 链烯基羰基，C₅ - C₈ 环烷基，C₅ - C₈ 环烷基羰基，C₅ - C₈ 环烯基，C₅ - C₈ 环烯基羰基，苯基，苯甲酰基，甲苯基，甲基苯甲酰基，苄基，苯基乙酰基，苯乙基或苯乙烯基。本发明的组合物是无尘的，有极好的染色效果。本发明还要求该组合物用作特别是聚烯烃的染色剂和其的制备方法，特别是通过水分散液及喷雾干燥方法。

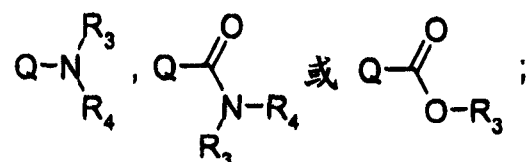


1. 一种组合物，其含有 92-97%重量的有机色料和 3-8%重量的黏合剂，在基于组合物的每种情况下，其中的黏合剂是混合物，其含有：

- 基于黏合剂重量，5-60%重量的改性纤维素，其中平均每个葡萄糖单元，

- 有 0.25-0.6 个羟基氢原子被 R_2 取代，或者
- 0.5-1.4 个羟基氢原子被 R_1 取代和被 R_2 取代的羟基氢原子的数目为 0-0.6；和

- 基于黏合剂重量 40-95%重量的下式化合物



其中 Q 是含有 8-24 个碳原子的烃基，它们是未取代的或被 1-3 个羟基或 OR_1 取代，每个 R_1 独立于任何其它 R_1 ，是 C_1-C_4 烷基或 C_1-C_4 烷基羰基，每个 R_2 独立于任何其它 R_2 ，是不同于 R_1 的有机基团，并且含有 2-10 个碳原子，0-4 个氧和 0-2 个氮原子，以及 R_3 和 R_4 每个独立地是氢， R_1 或 R_2 。

2. 按照权利要求 1 的组合物，其中 R_3 和 R_4 每个独立地是氢， R_1 ， C_5-C_8 烷基， C_5-C_8 烷基羰基， C_5-C_8 链烯基， C_5-C_8 链烯基羰基， C_5-C_8 环烷基， C_5-C_8 环烷基羰基， C_5-C_8 环烯基， C_5-C_8 环烯基羰基，苯基，苯甲酰基，甲苯基，甲基苯甲酰基，苄基，苯基乙酰基，苯乙基或苯乙烯基。

3. 按照权利要求 1 的组合物，其中黏合剂含有 0-20%重量的有机或无机酸或非离子化合物。

4. 按照权利要求 3 的组合物，其中有机酸含有 1-8 个碳原子，并且是未取代的或被羟基取代。

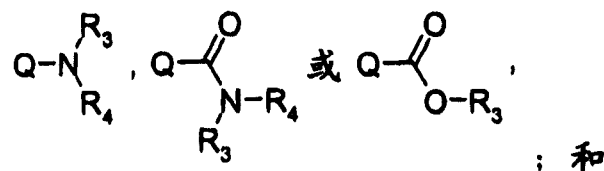
5. 按照权利要求 1, 2, 3 或 4 的组合物, 其中色料是 1-氨基-蒽醌, 三苯并[cd,jk]芘-5,10-二酮, 蒽素嘧啶, 偶氮化合物, 偶氮甲碱, 喹吡啶酮, 喹吡啶酮醌, 喹啉酮, 二噁嗪, 二酮基吡咯并吡咯, 黄烷士酮, 阴丹酮, 异二氢吲哚, 异吲哚啉酮, 异宜和蓝酮, 茚酮, 茚, 酞菁染料, 皮蒽或硫蒽系列。

6. 一种染色聚烯烃或聚烯烃共聚物的方法, 其中将基于聚烯烃或聚烯烃共聚物重量的 0.01-230%重量的权利要求 1, 2, 3, 4 或 5 的组合物加入到聚烯烃或聚烯烃共聚物中。

7. 一种制备权利要求 1, 3 或 4 的组合物的方法, 其中将含水介质, 有机色料和黏合剂连续或同时加入到设备中, 以产生 pH 为 4-7 的水分散液, 和然后除去含水介质;

其中所述黏合剂含有:

- 基于黏合剂重量, 5-60%重量的改性纤维素, 其中平均每个葡萄糖单元,
 - 有 0.25-0.6 个羟基氢原子被 R_2 取代, 或者
 - 0.5-1.4 个羟基氢原子被 R_1 取代和被 R_2 取代的羟基氢原子的数目为 0 - 0.6;
- 基于黏合剂, 40-95%重量的下式化合物



- 任选 0-20%重量的其它物质;

其中 Q 是含有 8-24 个碳原子的烃基, 它们是未取代的或被 1-3 个羟基或 OR_1 取代, 每个 R_1 独立于任何其它 R_1 , 是 C_1 - C_4 烷基或 C_1 - C_4 烷基羰基, 每个 R_2 独立于任何其它 R_2 , 是不同于 R_1 的有机基团, 并且含有 2-10 个碳原子, 0-4 个氧和 0-2 个氮原子, 以及 R_3 和 R_4 每个独立地是氢, R_1 或 R_2 , 以及

其中色料对黏合剂的重量比是 92:8-97:3; 色料对含水介质的重量比是 1:1.5-1:100.

8. 按照权利要求 7 的方法, 其中 R_3 和 R_4 每个独立地是氢, R_1 , C_5-C_8 烷基, C_5-C_8 烷基羰基, C_5-C_8 链烯基, C_5-C_8 链烯基羰基, C_5-C_8 环烷基, C_5-C_8 环烷基羰基, C_5-C_8 环烯基, C_5-C_8 环烯基羰基, 苯基, 苯甲酰基, 甲苯基, 甲基苯甲酰基, 苄基, 苯基乙酰基, 苯乙基或苯乙烯基。

9. 按照权利要求 7 的方法, 其中色料以湿色料滤饼的形式加入到设备中。

10. 按照权利要求 7, 8 或 9 的方法, 其中含水介质通过喷雾干燥的方法除去。

11. 权利要求 1, 2, 3, 4 或 5 的组合物作为天然或合成来源的、分子量范围 10^3-10^8 g/mol 的有机材料染色剂的用途。

12. 权利要求 6 的方法, 其中所述聚烯烃是乙烯基聚合物。

13. 权利要求 12 的方法, 其中所述聚烯烃是聚苯乙烯。

通过喷雾干燥可得到的无尘色料组合物

制备色料制剂的需求变得越来越大。开发在操作时尽量低尘、并且有好的用色效果（这就要求有极好分散性）的色料尤其重要。本发明涉及以纤维素衍生物和脂肪酸或脂肪胺衍生物的碱性二元黏合剂配方为基础的色料制剂，它们能够通过十分简单的喷雾干燥方法以高产率得到，并且显示出意想不到的良好应用效果。

US-5 455 288 公开了通过摩擦热方式在混合物中形成的无尘色料颗粒。脂肪酸酯和酰胺（特别是芥酸酰胺）一般以 2-20%重量作为黏合剂使用。

US-4 264 552 公开了在流化床设备中用水喷雾色料生产基本上干燥、低尘和自由流动的颗粒色料的方法，作为被使用的黏合剂，尤其任选的乙氧基化脂肪酸胺和酰胺的数量为 0.5-20%重量。在实施例 18 中，将含有羟丙基纤维素和不饱和 C₁₈ 醇的混合物结合，粉尘指数从 78 降低到 30。在实施例 19 中，枞酸基胺，羟乙基纤维素和烷基萘磺酸钠被一起使用。

纤维素衍生物的性质依赖于羟基基团的取代类型和取代程度有很大区别。市场上买到的羟乙基纤维素的平均取代程度（DS）从 0.85 到 1.35，摩尔取代程度（MS）从 1.5 到 3；市场上买到的羟丙基纤维素的摩尔取代程度（MS）为 4-4.5，它们是公知的水溶性的，但是例如低取代程度的甲基纤维素仅仅能够溶解在碱性介质中，有高取代程度的甲基纤维素仅仅能够溶解在有机溶剂中。

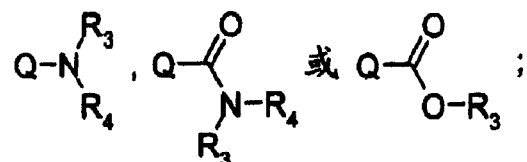
目前发现了新的组合物，它们能够满足极高的用色需求，并且生产方法十分简单。另外使人惊奇的是，可以通过极简单的方法，即通过喷雾干燥的方法以无尘颗粒的形式得到本发明的色料组合物。

因此本发明涉及一种组合物，其中含有 92-97%重量的色料和 3-8%重量黏合剂，在每种组合物的情况下，其中的黏合剂是混合物，其中含有：

- 5-60%重量（基于黏合剂）的改性纤维素，其中平均每个葡萄糖单位有 0.5-1.4 个羟基氢原子被 R₁ 取代，有 0.25-0.6 个羟基氢原子被 R₂ 取代，或者 0.5-1.4 个羟基氢原子被 R₁ 取代和 0-0.6 个羟基氢原子被 R₂

取代；和

- 40-95%重量（基于黏合剂）的下式化合物



其中 Q 是含有 8-24 个碳原子的烃基，它是未取代的或被 1-3 个羟基或 OR₁ 取代，每个 R₁ 独立于任何其它 R₁，是 C₁-C₄ 烷基或 C₁-C₄ 烷基羰基，每个 R₂ 独立于任何其它 R₂，是不同于 R₁ 的有机基团，并且含有 2-10 个碳原子，0-4 氧和 0-2 个氮原子，以及 R₃ 和 R₄ 每个独立地是另外的氢，R₁，R₂，C₅-C₈ 烷基，C₅-C₈ 烷基羰基，C₅-C₈ 链烯基，C₅-C₈ 链烯基羰基，C₅-C₈ 环烷基，C₅-C₈ 环烷基羰基，C₅-C₈ 环烯基，C₅-C₈ 环烯基羰基，苄基，苯甲酰基，甲苯基，甲基苯甲酰基，苜基，苯基乙酰基，苯乙基或苯乙烯基。

在改性纤维素中的葡萄糖单元-[C₆H₁₀O₅]-通常是吡喃型葡萄糖基形式，它们的一对形成纤维素二糖单元，然而它们也可以是打开的水解形式。

R₁ 优选甲基或乙基，特别是甲基。

R₂ 优选苜基，C₁-C₄ 亚烷基-COOR₃，C₂-C₃ 亚烷基-NR₃R₄ 或 [C₂-C₃ 亚烷基-O]₁₋₄-R₃，特别是 [C₂-C₃ 亚烷基-O]₁₋₂-H。

当羟基氢原子被 R₁ 和 R₂ 两者取代时，被 R₁ 和 R₂ 取代的羟基氢原子总数优选 0.6-1.5。R₃ 和/或 R₄ 优选氢或 R₂，特别是氢，更特别优选两者同时为氢。

Q 可以是直链，支链，环状（包括多环），饱和，单-不饱和或共轭或隔离的多不饱和的（例如二或三-不饱和的），并且也可以含有一个或多个（例如两个）芳香环。优选 Q 是饱和或单不饱和以及直链或支链的。多个环可以是单独的或稠合的，例如萘，甾醇或多芳香族化合物。最需求 Q 中的碳原子数量和以下 R₃ 中的碳原子数量有关。Q 优选具有至少 12 个碳原子，特别是当 R₃ 是氢，C₁-C₄ 烷基或 C₁-C₄ 烷基羰基时。Q 特别优选是含有 14-20 个碳原子的烃基，特别是含有 16-18 个碳原子的烃基以及 R₃ 是氢，甲基或乙基，特别是氢。

黏合剂可以任选含有 0-20%重量任何需要的其它物质的成分, 优选有机或无机酸或非离子化合物。当使用时所述的酸的含量为将 1 份重量本发明组合物分散在 4 份重量水中时, 使 pH 值为 4-7, 优选 4.5-6.5, 特别是 5-6。

所述酸例如是盐酸, 硫酸或有机酸如甲酸, 乙酸, 丙酸, 乳酸, 草酸, 丙二酸, 琥珀酸, 戊二酸, 己二酸, 马来酸, 富马酸, 丁酸, 异丁酸, 戊酸, 苯甲酸, 苯乙酸或邻苯二甲酸。有机酸优选有 1-8 个碳原子, 特别是 1-4 个碳原子, 并且是未取代的或被羟基取代。特别优选甲酸, 更优选乙酸。

然而除了酸以外, 其它组分的数量优选尽量少; 特别优选没有其它成分。

色料可以是有机或无机的, 例如 1-氨基-蒽醌, 三苯并[cd,jk]芘-5,10-二酮, 蒽素嘧啶, 偶氮化合物, 偶氮甲碱, 喹吡啶酮, 喹吡啶酮醌, 喹酞酮, 二噁嗪, 二酮基吡咯并吡咯, 黄烷士酮, 阴丹酮, 异二氢吲哚, 异吲哚满酮, 异宜和蓝酮, 茈酮 (perinone), 茈, 酞菁染料, 皮蒽或硫蒽系列, 包括使用时的金属配合物或色淀形式。偶氮化合物例如可以是任何公知的亚类单-或双-偶氮色料, 例如通过偶联, 缩合或色淀生成得到的。

作为实例, 有机色料的例子包括 Colour Index Pigment Yellow 3, 12, 13, 14, 17, 24, 34, 42, 53, 62, 74, 83, 93, 95, 108, 109, 110, 111, 119, 123, 128, 129, 139, 147, 150, 164, 168, 173, 174, 184, 188, 191, 191:1, 193, 199, Pigment Orange 5, 13, 16, 34, 40, 43, 48, 49, 51, 61, 64, 71, 73, Pigment Red 2, 4, 5, 23, 48:1, 48:2, 48:3, 48:4, 52:2, 53:1, 57, 57:1, 88, 89, 101, 104, 112, 122, 144, 146, 149, 166, 168, 177, 178, 179, 181, 184, 190, 192, 194, 202, 204, 206, 207, 209, 214, 216, 220, 221, 222, 224, 226, 254, 255, 262, 264, 270, 272, Pigment Brown 23, 24, 33, 42, 43, 44, Pigment Violet 19, 23, 29, 31, 37, 42, Pigment Blue 15, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4, 15:6, 16, 28, 29, 60, 64, 66, Pigment Green 7, 17, 36, 37, 50, Pigment White 6, Pigment Black 7, 12, 27, 30, 31, 32, Vat Red 74, 3,6-二(3'-氨基-苯基)-2,5-二氢-吡咯并[3,4-c]吡咯-1,4-二酮或 3-苯基-6-(4'-叔丁基-苯基)-2,5-二氢-吡咯并[3,4-c]吡

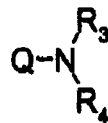
咯-1,4-二酮。

优选偶氮苯并咪唑啉酮，双偶氮和多环色料以及异吲哚啉酮和二酮基吡咯并吡咯。

特别优选的色料是喹吡啉酮，二噁嗪，菲，二酮基吡咯并吡咯或双偶氮缩合色料。喹吡啉酮优选通过用过氧化氢氧化二氢喹吡啉酮制备，例如 US-5 840 901 或 WO-02/077104 所述。

色料可以是单一的化合物或多个组分的混合物，包括固溶体或含有多个化合物的混合晶体。优选均匀的结晶色料，因为它们通常比物理状态混合物和混合相能够产生更大的色饱和度，然而假如在最终应用中需要较淡的色调，可以通过本身公知的方法使用不同颜色的色料将颜色调淡。

本发明的组合物优选仅仅由色料和黏合剂组成，特别是由色料，甲基纤维素和用大约 1 当量酸中和的下式化合物组成。



其颗粒大小优选 0.005-10 mm，特别是 0.05-0.5 mm（即精细颗粒）。

本发明的组合物能够用于任何常规目的，例如用于聚合物材料的本体着色（或作为天然或合成的其它有机材料的色料，分子量通常范围为 10^3 - 10^8 g/mol），包括纤维，表面涂料组合物（包括特效罩面漆，包括汽车部件所用的那些）和印刷油墨，或所谓的防染剂（resists）或作为调色剂。所述的应用对于本领域技术人员是如此明显，以致本文不必列举。它们也公开在许多专利说明书和技术文献中，例如 "Industrielle Organische Pigmente"（W. Herbst + K. Hunger, VCH Weinheim/New York, new editions continually published in German and English）。

本发明组合物主要优点是十分低尘的配方，高的着色强度和色饱和度，优异分散性，极好的流变性，能够以高浓度使用，能够与被染色的范围极宽的底物有很高程度的相容性，因此色料的范围能够以经济有利的方式合理化。本发明的组合物具有不同的优良的通性，例如抗迁移性，能够抗光和抗风化。

本发明的色料被证明在以下材料中特别有利：全同，间同和无规聚烯烃，特别是聚丁二烯，聚丁烯，聚异丁烯，聚（4-甲基-1-戊烯），聚乙烯，聚丙烯，聚苯乙烯和乙烯/丙烯，苯乙烯/丙烯腈，丙烯腈/丁二烯/苯乙烯和苯乙烯/丁二烯共聚物，例如 PEC，PE-HD，PE-LD，PE-LLD，PE-MD，PE-UHM（W），PE-V，PEX，EPM，EPDM，ABS 或 EPS，以及乙烯基聚合物，包括 PVC，聚醋酸乙烯酯，聚丙烯酸酯，聚甲基丙烯酸酯和它们的共聚物，以及聚烯烃和例如聚醚，聚醚酮或聚氨基甲酸酯的共聚物。

高分子量有机物可以使用本发明的组合物染色，例如使用滚压机或混合器或研磨装置，将所述组合物合宜时以母炼胶的形式和底物混合。着色的材料然后使用本身公知的方法产生所需的最后形式，例如压碾，压模，挤出，涂覆，浇注或注模。适当的时候，能够以本身需要的数量加入已知的添加剂，例如分散剂，流变促进剂，成膜剂，催干剂，增塑剂，填料，增强剂，抗泡沫剂和/或其它添加剂如加工辅剂，UV 吸收剂，发光猝灭剂，抗氧化剂，自由基扑获剂（例如 $^1\text{O}_2$ ）和/或其它稳定剂。添加剂能够在加入本发明的组合物以前、同时或以后加入到聚合物中。除了本发明组合物以外，为了得到不同的色彩，高分子量有机物还可以与其它着色成分混合，例如白色，有色，黑色或任何所需数量的有效色料。

染色优选通过将本发明的色料组合物和聚烯烃颗粒或粉末混合，并且将混合物加工成纤维，薄膜或颗粒（包括母炼胶形式），后者本身然后例如纺织为织物，干燥为片材，挤压成各种形状或以注模方式成型为制品。

本发明还涉及染色聚烯烃（包括聚苯乙烯和乙烯基聚合物）或聚烯烃共聚物的方法，其中将 0.01-230%重量，优选 0.05-5%重量（基于聚烯烃或聚烯烃共聚物量）的本发明组合物加入到聚烯烃或聚烯烃共聚物中。

本发明的组合物以任何有利的方法制备，但是优选在水分散液中于 pH 值 4-7，优选 4.5-6.5，特别是 5-6 下进行。制备结束，将本发明组合物的各组分和水连续或同时加入到设备中，其中通过任何合适的方法使色料尽可能分散均匀，然后通过适当的方法将含水介质除去，含水介质的数量有利地为干燥色料重量的 1.5-100 倍，优选 2.5-10 倍，

特别是3-6倍，更优选3.5-4.5倍。

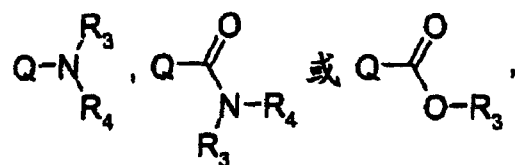
有利的含水介质是水，也可以是和至少30%重量，优选至少80%重量的水和惰性，中性液体的混合物，例如常规的亲水溶剂如醇类或酮类（特别是甲醇，乙醇，丙酮或甲基乙基酮）。当有惰性，中性液体时，优选沸点为50-120℃或和水一起形成沸点为50-120℃的共沸混合物。

已知的分散方法例如是使用任何理想的几何形状和搅拌速度的搅拌器，以及分散器，匀化器，喷嘴混合器，滚筒，捏合器，螺旋设备，振荡器，振动或超声波装置。任选于在先的过滤或离心分离后的除去水的公知方法例如是使用干燥器或冷冻干燥装置，优选喷雾干燥。

因此本发明还涉及制备本发明组合物的方法，其中将含水介质，色料和黏合剂连续或同时加入到设备中进行操作，以便产生pH值为4-7，优选4.5-6.5，特别是5-6的水分散体，并且随后将含水介质除去。其中的黏合剂含有：

- 5-60%重量（基于黏合剂）的改性纤维素，其中平均每个葡萄糖单元有0.5-1.4个羟基氢原子被 R_1 取代，0.25-0.6个羟基氢原子被 R_2 取代，或者0.5-1.4个羟基氢原子被 R_1 取代和0-0.6个羟基氢原子被 R_2 取代；和

- 40-95%重量（基于黏合剂）的下式化合物：



- 以及任选的0-20%重量的其它物质；

其中Q是含有8-24个碳原子的烃基，是未取代的或被羟基或 OR_1 取代1-3次，每个 R_1 独立于任何其它的 R_1 ，是 C_1 - C_4 烷基或 C - C_4 烷基羰基，每个 R_2 独立于任何其它的 R_2 ，是不同于 R_1 的有机基团，并且含有2-10个碳原子，0-4个氧原子和0-2个氮原子，以及 R_3 和 R_4 每个独立地是另外的氢， R_1 ， R_2 ， C_5 - C_8 烷基， C_5 - C_8 烷基羰基， C_5 - C_8 链烯基， C_5 - C_8 链烯基羰基， C_5 - C_8 环烷基， C_5 - C_8 环烷基羰基， C_5 - C_8 环烯基， C_5 - C_8 环烯基羰基，苯基，苯甲酰基，甲苯基，甲基苯甲酰基，苄基，

苯乙酰基, 苯乙基或苯乙烯基。

以及其中的色料对黏合剂的重量比为 92:8-97:3, 和色料对含水介质的重量比为 1:1.5-1:100, 优选 1:2.5-1:10。

色料优选以直接从合成或处理(例如重结晶或盐捏合)得到的潮湿的色料滤饼形式使用。含水介质优选通过喷雾干燥除去, 令人惊奇的是, 当色料对黏合剂的重量比如上所述和喷雾干燥操作条件为常规使用的方法时, 能够得到在配色性质, 分散性和粉尘评价方面意想不到的好的结果, 如上所述为了调节 pH 值, 假如需要可以加入少量的酸, 后者通常作为本发明组合物的成分保留在随后的干燥过程中。

加料的顺序本身并不重要, 通常受到以下两方面的制约: 各成分的物理性质, 特别是其粘度以及所用的设备。例如可以首先在容器中一起搅拌水和色料的压滤饼, 然后加入脂肪族胺, 改性纤维素和酸(按照所述顺序), 酸也可以在脂肪族胺前加入或在脂肪胺和纤维素之间加入。另外以下方法也是有利的, 即首先往容器中加入水, 再加入改性纤维素, 搅拌均匀以后再加入脂肪胺和酸(或者其二元盐), 仅在最后连续或分份加入色料压滤饼。但是本发明不限于以上仅仅以举例方式提到的顺序, 允许本领域技术人员承认的各种其它方式。

含水介质可以全部除去或除去一部分, 保留的残余湿度, 基于本发明组合物的 0-20%重量, 优选 0-5%重量, 特别是 0-2%重量是有利的。

以下实施例用于说明本发明, 但不限制本发明的范围(除非另有说明, "份"或"%"总是指重量份或重量百分数)。

实施例 1: 756 份 25%重量的 C. I. Pigment Red 144 (直接来自合成)的含水压滤饼和 9 份重量牛油脂肪胺(ArmeenTDTM, Akzo Nobel), 1 份重量甲基纤维素(MetoloseSM-100TM, 约 30%甲氧基含量, ShinEtsu)和 189 份重量水一起打浆。形成悬浮液, 使用盐酸将 pH 值调整到 5.0 并且继续搅拌, 在该过程中最初的粘稠相变为均匀的悬浮液, 于剪切速度 200-1000 sec⁻¹下其 25℃的粘度约 10-25 mPa·s。均匀的浆状物仅含有 <10 μm 的颗粒, 很容易进行喷雾干燥(T_{in}=148℃; T_{out}=102℃; 低于大气压 200 Pa)。产品颗粒残留水分含量<1%重量, 在按照 Lorenz (DIN 55992) 方法的沉降测定设备中测定有 <20 的 8"

值，在高密度聚乙烯中得到极好的结果。

实施例 2: 方法类似于实施例 1，但是使用 C.I. Pigment Red 254 含水滤饼代替 Pigment Red 144。使用乙酸将 pH 值调整到 5.5。匀化的浆状物被测定有约 1.1 μm 的平均颗粒大小，比表面积约 10 m^2/g ，很容易进行喷雾干燥 ($T_{\text{in}}=220^\circ\text{C}$; $T_{\text{out}}=104^\circ\text{C}$; 低于大气压 200 Pa)。颗粒同样是无尘的，在聚乙烯中的结果类似于实施例 1。

实施例 3: 方法类似于实施例 1，但是使用 C. I. Pigment Orange 64 含水滤饼代替 Pigment Red 144，并且用 294 份代替 189 份重量的水。在剪切速度 5-500 sec^{-1} 下粘度达到 50-850 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。匀化的浆状物被测定有约 0.80 μm 的平均颗粒大小，比表面积约 12 m^2/g ，很容易进行喷雾干燥 ($T_{\text{in}}=210^\circ\text{C}$; $T_{\text{out}}=105^\circ\text{C}$; 低于大气压 200 Pa)。颗粒同样是无尘的，在聚乙烯中的结果类似实施例 1。

实施例 4: 方法类似于实施例 1，但是使用 C. I. Pigment Yellow 110 含水滤饼代替 Pigment Red 144，并且不添加额外的水。使用甲酸将 pH 调整到约 5.8。在剪切速度 5-500 sec^{-1} 下粘度达到 10-30 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。匀化的浆状物被测定有约 10 μm 的平均颗粒大小，比表面积约 10 m^2/g ，很容易进行喷雾干燥 ($T_{\text{in}}=180^\circ\text{C}$; $T_{\text{out}}=103^\circ\text{C}$; 低于大气压 200 Pa)。颗粒同样是无尘的，在聚乙烯中的结果类似实施例 1。

实施例 5-6: 实施例 1 被重复，但是分别使用 MetoloseSM-15TM 和 540 份重量的水，以及 MetoloseSM-1500TM 和 108 份重量的水（甲基纤维素有大约相同的甲氧基含量，但是粘度不同）。得到可比较的结果。

实施例 7-8: 实施例 1 被重复，但是分别使用 Metolose90SH-100TM 和 218 份重量水，以及 Metolose90SH-4000SRTM 和 511 份重量水（羟丙基甲基纤维素的甲氧基含量约 23-24%和羟丙氧基含量约 5-6%和 8-9%）。得到可比较的结果。

实施例 9: 实施例 1 被重复，但是使用 Pharmacoat603TM（ShinEtsu，羟丙基甲基纤维素的甲氧基含量约 29-30%和羟丙氧基含量约 8-9%）和 218 份重量的水。得到可比较的结果。

实施例 10: 实施例 1 被重复，但是使用 Pharmacoat904TM（ShinEtsu，羟丙基甲基纤维素的甲氧基含量约 23-24%和羟丙氧基含量约 5-6%），没有额外的水。得到可比较的结果。

实施例 11-13: 实施例 1 被重复，但是分别使用 L-HPCLH-11TM 和

168 份重量的水,以及 L-HPC LH-21TM 和 101 份重量的水,以及 L-HPC LH-31TM 和 111 份重量的水 (ShinEtsu, 低取代的羟丙基纤维素的羟丙氧基含量约 10-11%)。得到可比较的结果。

实施例 14-40: 实施例 2-4 被重复,但是使用实施 5-13 的改性纤维素,并且适当改变水的数量。

实施例 41-80: 实施例 1-40 被重复,但是使用 ArmeenTM 代替 ArmeenTDTM。