

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

295 186

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. :⁷

C 09 C 3/04

B 01 J 2/28

C 04 B 14/36

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1997-2097**
(22) Přihlášeno: **02.07.1997**
(30) Právo přednosti: **02.07.1997 CZ**
(40) Zveřejněno: **13.01.1999**
(**Věstník č. 01/1999**)
(47) Uděleno: **12.04.05**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **15.06.2005**
(**Věstník č. 6/2005**)

(73) Majitel patentu:

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, Leverkusen, DE

(72) Původce:

Linde Günter Dr., Krefeld, DE
Schmidt-Park Olaf Dr., Krefeld, DE
Eitel Manfred Dr., Kempen, DE
Steiling Lothar Dr., Leverkusen, DE

(74) Zástupce:

JUDr. Miloš Všečetka, Hálkova 2, Praha 2, 12000

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby briketovaných nebo lisovaných
granulátů, jejich použití a způsob barvení
materiálů**

(57) Anotace:

Řešení se týká způsobu výroby lisovaných nebo briketovaných granulátů z pigmentů ze sazí s pomocnými přípravky, při kterém se pigment ze sazí smíchá s pomocným přípravkem, který podporuje zpracovatelnost, tato směs se podrobí kroku lisování nebo briketování válcovými nebo matricovými lisy, tento lisovaný nebo briketovaný produkt se rozmělní, rozmělněný produkt se rozdělí na dvě nebo více frakcí, frakce, v níž je nejméně 85 % částic větších než 80 µm, výhodně větších než 100 µm, nebo leží mezi 80 a 2000 µm, výhodně mezi 100 µm a 1000 µm, odebere se jako produkt a případně se v dalším kroku zaoblí, přičemž se další frakce z procesu vyřadí nebo vrací zpět, jejich použití při barvení materiálů a způsobu barvení těchto materiálů.

CZ 295186 B6

Způsob výroby briketovaných nebo lisovaných granulátů, jejich použití a způsob barvení materiálů

Oblast techniky

5

Tento vynález se týká způsobu výroby briketovaných nebo lisovaných granulátů, jejich použití při barvení materiálů a způsobu barvení materiálů.

Dosavadní stav techniky

10

Zpracování granulátů pigmentů vyžaduje pro dosažení optimálního barevného vjemu rozemletí pigmentu na primární částice. Takto vzniklé prášky však velmi silně práší a pro svou jemnost mají sklon k ulpívání a nalepování v dávkovacích zařízeních. U toxikologicky škodlivých látek musí být proto při zpracování učiněna opatření k zamezení ohrožení lidí a okolí vznikajícím prachem. Ale i u nepochybně inertních látek, jako je například pigment z oxidu železa, vyžaduje 15 trh stále více zamezení obtěžování prachem.

20

Zamezení prášení a zlepšené dávkování na základě dobrých vlastností sypkosti k dosažení kvalitativně stejnoměrného barevného dojmu je proto při použití ve stavivech a v organickém prostředí cílem pro zacházení s pigmenty. Tohoto cíle se více či méně dosahuje použitím granulacních postupů pro pigmenty. Při tom se obecně používá granulace sbalováním nebo rozprašováním. Postupy zhutňování jsou dosud pro omezenou dispergovatelnost takto získaných granulátů méně vhodné.

25

U pigmentů trh v zásadě požaduje při použití granulátů pigmentů dvě protichůdné vlastnosti: mechanickou stabilitu granulátu a dobré dispergační vlastnosti. Mechanická stabilita odpovídá za dobré transportní vlastnosti, jak při dopravě od výrobce ke spotřebiteli, tak i za dobré dávkování a sypkost při používání pigmentů. Ta je vyvolávána vysokou soudržností a závisí například na množství pojiva, nebo též na lisovacím tlaku při vytváření. Na druhé straně je dispergovatelnost ovlivňována dobrým mletím před granulací (mletí za mokra a za sucha), mechanickou energií při 30 vpravování (střížné síly) a pomocnými dispergačními látkami, které soudržnost v suchém granulátu při vpravování do prostředí ihned sníží. U pigmentů je ovšem použití větších množství dispergačních pomocných prostředků omezeno v důsledku poměrů nákladů na přísadu a na pigment. Vysoký podíl přísady kromě toho vyvolává odpovídající snížení intenzity barvy, případné rozptýlitelnosti. Protože kolísání intenzity barvy leží obecně pod $\pm 5\%$, je také použití přísad 35 omezené, i když tyto současně působí jako prostředky pro zvýšení soudržnosti a dispergovatelnosti. Písady též nesmějí nepříznivě ovlivňovat užitné vlastnosti hotového výrobku, jako na příklad u staviv, plastů a laků, příkladně u betonu pevnost a chování při tuhnutí, u asfaltu pevnost v tlaku a odolnost proti otěru a u plastů pevnost nebo vrubovou houževnatost, u elastomerů (polymerů) elastické vlastnosti.

40

Při současném stavu techniky přicházejí v úvahu pro granulaci pigmentů jako výrobní postupy granulace rozstříkáváním (rozprašovací sušení pomocí kotouče nebo trysky) a sbalovací granulace (míchačky, vibrační granulátory, talíře, případně bubny).

45

Granulace rozprašovacím sušením vychází ze suspenzí pigmentů s použitím pojiv. Odpovídající postupy jsou popsány v různých patentových spisech. Při tom se používají pojiva rozpustná ve vodě. Tak se v DE-A 3 619 363, EP-A 0 268 645 a EP-A 0 365 046 vychází z organických látek, jako jsou například ligninsulfonáty, kondenzáty formaldehydu, kyseliny glukonové, sulfatované polyglykoethery, zatím co se podle DE-A 3 918 694 a US 5 215 583 vychází z anorganických solí, jako jsou například silikáty a fosfáty. V EP-A 0 507 046 byla popsána kombinace rozprašovací a sbalovací granulace. V DE-A 3 619 363 (sloupec 3, řádek 44 až 47) a v EP-A 0 268 645 (sloupec 7, řádek 18,19) je vyloučeno použití zhutňovacího postupu. Při tomto postupu se použitím tlaku dosahuje silné soudržnosti částic, takže se vyvolá sice dobrá transportovatelnost, ale současně se též snižuje dispergovatelnost.

50

V EP-A 0 257 423 a DE-A 3 841 848 se popisuje granulace rozprašováním za použití polyorganosiloxanů jako hydrofobní, lipofilní přísady. Dodatečná hydrofobizující úprava vede u výrobků z rozprašovací granulace k velmi dobrému, sypkému, ale mimořádně silně prášicímu granulátu, který se navíc špatně smáčí vodou.

EP-A 0 424 896 zveřejňuje výrobu jemných granulátů s nízkým obsahem prachu v jednom výrobním kroku ve známých intenzivních míchačkách. Při tom se používá nízký obsah vosků v kombinaci s emulgátorem a smáčedlem v nanášené vodné disperzi. Při tom se získává obsah vody od 20 % až přes 50 %. Tyto granuláty se nejprve musejí sušit a pak oddělit od příliš malých a příliš velkých zrn.

DE-A 3 132 303 popisuje sypké granuláty anorganických pigmentů s nízkým obsahem prachu, které se míchají s pojivem, ztekucovanými působením tepla, a granulují se proséváním za využití prosévací pomůcky (tlaku). Při tom připadá asi 10 až 20 % z výrobku na jemný podíl < 0,1 mm.

Patent EP-A 0 144 940 popisuje granuláty pigmentu, prosté prachu, které se z výchozího filtračního kalu s asi 50 % vody míchají při 50 až 200 °C s přídavkem 0,5 až 10 % povrchově aktivních látek a s dodatečným minerálním olejem, nebo ztekucujícím se voskem, až do dosažení mazlavosti. Pochod probíhá v intenzivních míchačkách, případně se ještě dodatečně granuluje a dosouší. V konečném výrobku je voda v množství od 10 do 15 %, což je nevýhodou pro zpracování do plastů.

Těž ostatní postupy jsou co do svého využití omezené. Granulace rozprašováním vyžaduje vzhledem k tvorbě kapek používání dobré tekoucích, tedy řídkých suspenzí. Při sušení se tedy musí vypařit větší množství vody, než při velmi často používaném sušení vysoce vylisovaných koláčů pigmentů ve fluidní vrstvě. To vede k vyšším nákladům na energii. U pigmentů, před tím vyrobených kalcinací, znamená granulace rozprašováním další výrobní krok s vysokými náklady na energii. Při rozprašovací granulaci kromě toho vzniká menší či větší podíl jemných částic, zachycovaných v prachových filtrech, který se musí do výroby vracet.

Sbalovací granulace má též často nevýhody. Může se provádět – vycházejí z pigmentových prášků – v míchačkách za vysoké turbulence, ve fluidních vrstvách, nebo též granulaci na talířích nebo v bubnech. Pro všechny tyto způsoby je společné, že spotřeba pojiva, většinou vody, je velká, takže jako dodatečný krok postupu musí následovat sušení. Při tom se též získávají granuláty o rozličné velikosti, zejména když pro množství prášku není k dispozici dostatek pojiva, nebo když skutečné rozdělení není optimální. Pak může být část granulátu příliš velká, zatímco na druhé straně vznikají příliš malé a tedy ještě prášící podíly. Proto je nutné třídění vznikajícího granulátu s vrácením příliš velkých nebo příliš malých zrn.

Granulace na talíři vede k širokému spektru velikostí částic granulátu. Tam, kde pro špatnou dispergovatelnost nejsou žádoucí příliš velké částice, musí se postup granulace osobně intenzivně sledovat a výroba granulátu se musí optimalizovat manuálním řízením množství zárodků. Při tom též obvykle následuje třídění s vrácením příliš velkých a příliš malých zrn.

Způsob vytlačování z past vede při sušení k relativně pevným granulátům, které pro svou velikost nezaručují optimální dispergovatelnost.

V DE-A 4 214 195 je popsán způsob barvení asfaltu granuláty anorganických pigmentů, při němž se jako pojivo používají oleje. Při tom se jedná o jednoduchý způsob granulace.

Podle postupů, popisovaných v DE-A 4 336 613 a DE-A 4 336 612 jsou vyráběny anorganické granuláty pigmentů z pigmentů smícháním s pojivem, zhutňováním, drcením a granulováním. Takto vyráběné granuláty se špatně pneumaticky dopravují; při dopravě vzniká mnoho prachu, což je nežádoucí.

Podstata vynálezu

5 Úkolem tohoto vynálezu proto bylo, najít způsob, který odstraňuje dosud popisované nedostatky granulace rozprašováním, granulace extrusí nebo granulace sbalováním v jejich aplikaci na anorganické pigmenty, zejména na pigmenty ze sazí, a poskytuje dostatečně stabilní, dávkovatelné granuláty s nízkým obsahem prachu s pokud možno stejně dobrou dispergovatelností, jako dosud používané prášky.

10

Nyní bylo zjištěno, že tato úloha může být vyřešena vícestupňovou kombinací kroků míchání, zhutňování, dělení a případně zaoblování.

15

Předmětem vynálezu je způsob výroby lisovaných nebo briketovaných granulátů z pigmentů ze sazí s pomocnými přípravky, který se vyznačuje tím, že

20

- a) pigment ze sazí nebo více pigmentů ze sazí se smíchá s jedním pomocným přípravkem nebo s více pomocnými přípravky, které podporují zpracovatelnost,
- b) tato směs podrobí kroku lisování nebo briketování válcovými nebo matricovými lisami,
- c) tento lisovaný nebo briketovaný produkt se rozmělní,
- d) rozmělněný produkt se rozdělí na dvě nebo více frakcí,
- e) frakce, v níž je nejméně 85 % částic větších než 80 μm , výhodně větších než 100 μm , nebo které leží mezi 80 a 2000 μm , výhodně mezi 100 μm a 1000 μm , se odebere jako produkt a případně se v dalším kroku zaoblí, přičemž se další frakce z procesu vyřadí nebo vrací zpět.

25

Před krokem c) se může briketovaný nebo lisovaný produkt výhodně rozdělit na dvě frakce (mezikrok x), aby se pak hrubá frakce, v níž je nejméně 85 % částic větších než 500 μm , výhodně 600 μm , v kroku c) rozmělnila a druhá, jemná frakce se v kroku d) oddělila od produktu z kroku c), nebo spolu s ním opět rozdělila na dvě frakce nebo více frakcí.

30

Přednost se dává pouze jemné frakci z mezikroku x), rozdělené v kroku d) na dvě nebo více frakcí, zatímco hrubá frakce z mezikroku x) se v kroku c) rozmělní a pak jako produkt vychází z procesu.

35

Mezikrok x) se může výhodně provádět tříděním nebo proséváním (mechanické oddělování). Výhodně se používají prosévací stroje.

40

Zvláště výhodně se rozmělněný produkt rozdělí v d) na dvě frakce, přičemž se jemný podíl menší než 80 μm z procesu vyřadí, nebo se do procesu vrátí, a hrubá frakce větší než 80 μm se případně v dalším kroku zaoblí.

45

Rozmělněný produkt se rovněž může výhodně v kroku d) rozdělit na tři frakce, přičemž se jemný a hrubý podíl z procesu vyjmou nebo se do procesu vrátí a střední frakce mezi 80 a 2000 μm , výhodně mezi 100 a 1000 μm , ještě výhodněji mezi 100 a 500 μm , se případně v dalším kroku zaoblí.

Granuláty výhodně vykazují zbytkový obsah vody pod 4 % hmotnostní, výhodněji pod 2 % hmotnostní. To se může dodržet případně dosoušením.

Krok zaoblování pod e) se výhodně provádí s odstraněním prachového podílu.

50

Produkt, vzniklý zaoblením v kroku e), se ještě může výhodně povléci pomocnými prostředky.

Když se provede krok zaoblování e), tak se ještě může výhodně oddělit hrubý podíl s částicemi $> 1\,500\ \mu\text{m}$ a případně se může vrátit do procesu.

Granuláty sazí mají výhodně sypné hustoty od $0,1$ do $2,5\ \text{g/cm}^3$.

5

Jako pomocné prostředky se mohou používat jak anorganické, tak i organické látky.

Jako pomocné prostředky se výhodně používají voda, soli ze skupiny fosforečnanů, uhličitánů, dusičnanů, síranů, chloridů, křemičitanů, hlinitanů a boritanů, mravenčanů, oxalátů, citrátů a vinanů, polysacharidy, deriváty celulózy, jako jsou například ethery celulózy, estery celulózy, kyseliny fosfonkarbonové, modifikované silany, silikonové oleje, oleje z biologických surovin (například olej řepkový, sojový, z kukuřičných klíčků, olivový, kokosový, slunečnicový), rafinované minerální oleje na parafinické nebo naftenické bázi, synteticky vyrobené oleje, alkylfenoly, glykoly, polyethery, polyglykoly, deriváty polyglykolů, kondenzační produkty bílkovin s kyselinami, alkylbenzensulfonáty, alkylnaftalensulfonáty, ligninsulfonát, sulfatovaný polyglykolether, melaminformaldehydové kondenzáty, naftalenformaldehydové kondenzáty, glukonová kyselina, polyhydroxysloučeniny nebo jejich vodné roztoky.

10

15

20

Při míchání se mohou výhodně přidat emulgátory, smáčedla a dispergační prostředky v množství od $0,01$ do 5% hmotnostních, výhodně od $0,01$ do 3% hmotnostních, vztaženo na hmotnost použitých pigmentů.

25

Jako emulgátory pro použití ve stavivech s vodnými systémy, jako je například beton, přicházejí v úvahu zejména emulgátory s hodnotami HLB od 7 do 40 , zejména s hodnotami od 8 do 18 , tvořené skupinami alkylu a akrylu a hydrofilními meziskupinami a koncovými skupinami, jako jsou například skupiny amidu, aminu, etheru, hydroxylo, karboxylátu, síranu, sulfonátu, fosforečnanu, soli aminu, polyetheru, polyamidu, polyfosfátu. Tyto látky se mohou podle své hodnoty HLB použít jednotlivě nebo v kombinaci.

30

Jako smáčedla jsou zvláště vhodné alkylbenzensulfonáty, sírany vyšších alifatických alkoholů, sírany etherů vyšších alifatických alkoholů, ethoxyláty vyšších alifatických alkoholů, alkylfenol-ethoxylát, a sulfonáty alkanů a olefinů.

35

Jako dispergační pomocné prostředky se výhodně používají melaminsulfonáty, naftalensulfonáty, kovová mýdla, polyvinylalkoholy, polyvinylsulfáty, polyakrylamidy, sírany vyšších alifatických kyselin.

40

Pro zvýšení stability, případně jako pomůcka pro zpracování granulátů, může být výhodné, granuláty nakonec obalit dodatečnou vrstvou. Tato vrstva se může vytvořit nanesením anorganických solí v roztoku, polyolů, olejů nebo vosků, případně polyetheru, polykarboxylátů nebo derivátů celulózy, výhodně karboxymethylcelulózy.

45

Ke granulátům se mohou při míchání též dodatečně přidat konzervační látky v koncentraci od $0,01$ do 1% hmotnostních, vztaženo na hmotnost pigmentu. Jako příklady se mohou uvést sloučeniny, odštěpující formaldehyd, fenolické sloučeniny nebo izothiazolinové přípravky.

50

Překvapivě se do lisovaných nebo briketovaných granulátů, zejména pokud jsou určeny pro vpravení do vodných systémů staviv, jako je cementová malta nebo beton, mohou se přidat jako pomocné látky nejen ve vodě rozpustné látky, ale též látky ve vodě nerozpustné, jako jsou například oleje.

55

Pomocné přípravky se přidávají výhodně v množstvích od $0,001$ do 10% hmotnostních, výhodněji od $0,01$ do 5% hmotnostních, nejvýhodněji od $0,1$ do 3% hmotnostních, vztaženo na použitý pigment.

Pomocné přípravky se mohou výhodně použít ve spojení s dalšími přísadami, jako jsou například emulgátory, smáčedla, kovová mýdla atd.

5 Krok lisování nebo briketování b) se s výhodou provádí válcovými nebo matricovými lisami a výhodně při liniových tlacích od 0,1 do 50 kN/cm, výhodně od 0,1 do 20 kN/cm.

10 Při lisování nebo briketování (zhutňování, krok b)) je důležitým ukazatelem lisovací tlak (kN) na cm šířky válce (liniový tlak). Při zhutňování mezi válci se vychází z liniového přenosu lisovacího tlaku, protože lisovací plocha se nemůže definovat a proto nelze vypočítat tlak (kN/cm²).

15 Zhutňování výhodně probíhá při nižších liniových tlacích. Použité liniové tlaky leží obecně výhodně ve spodní oblasti obchodně dostupných strojů, výhodně mezi 0,1 a 50 kN/cm. Výhodněji činí liniové tlaky 0,1 až 20 kN/cm. K obchodně dostupným strojům patří například Pharmakompaktor 200/50 firmy Bepex, GmbH, Leingarten/SRN.

20 Dodatečný krok třídění x) probíhá výhodně na prosévacích strojích, jako jsou například bubnová síta, kmitavá síta a vibrační síta.

20 Rozmělňování se může provádět pomocí všech běžných rozmělnovacích strojů, jako jsou drtiče, ježkové válce, válce s třecím ústrojím a síťové granulátory.

25 Krok rozmělnování c) se výhodně provádí pomocí síťových granulátorů nebo síťových mlýnů, u nichž se materiál protlačuje protlačovacím sítem s velikostí ok od 0,5 do 4 mm, výhodněji od 0,5 do 2,5 mm, nejvýhodněji od 1 do 2 mm (tzv. jemná drtička). Jak je obecně známo, rotory se pohybují oběžně nebo oscilačně, s obvodovou rychlostí od 0,05 m/s do 5 m/s. Odstup mezi rotorem a sítem, nebo děrovanou deskou, činí 0,1 až 15 mm, výhodně od 0,1 do 5 mm, výhodněji i od 1 do 2 mm.

30 Jako rozmělnovací stroj se může například použít Flake Crusher firmy Frevitt, Fribourg, Švýcarsko.

35 Po rozmělnění se oddělí jemný podíl pod 80 µm. Množství tohoto jemného podílu činí výhodně 10 až 50 % hmotnostních, výhodněji 10 až 30 % hmotnostních. Jemný podíl se výhodně zavádí zpět do kroku b). Zbývající podíl je sypký, dávkovatelný, chudý na prach a dobře dispergovatelný. Další optimalizace se může docílit dodatečným zaoblením.

40 Krok zaoblování podle e) probíhá výhodně na otáčivém talíři, v otáčivém bubnu nebo v dražírovacím bubnu, na bubnových sítích nebo podobných zařízeních, nebo ve vířivém nebo fluidním loži, nebo v síťovém zařízení. Při tom se může výhodně odsávat prachový podíl nebo se může z fluidního lože vynášet vzduchem.

45 Způsob podle DE-A 4 336 613 nebo DE-A 4 336 612 pomocí sbalovací granulace vede k sice kulatým částicím, které jsou však nehomogenní. Jsou tvořeny kompaktním jádrem a nabalenou vnější vrstvou nebo vrstvami, které se mohou odírat. Tyto produkty tedy zejména při pneumatické dopravě práší a sypkost není zvláště dobrá. Produkty, vyrobené způsobem podle tohoto vynálezu tyto nevýhody nemají, protože jsou tvořeny homogenními kompaktními částicemi jednotné hustoty a pevnosti.

50 Granuláty, vyrobené způsobem podle vynálezu, se používají k barvení staviv, jako je například beton, cementové malty a omítky, a k barvení organických prostředí, jako jsou například laky, plasty a barevné pasty a k výrobě disperzních barev a past.

55 Granuláty, vyrobené podle vynálezu, jsou zvláště vhodné k vpravování do suchých směsí cementových malt a omítek.

Ve vícestupňovém postupu podle vynálezu je podstatné, aby se v prvním kroku přídatkem pomocných prostředků v míchačce vyrobil dostatečně soudržný homogenní materiál. V druhém kroku pak následuje briketování nebo lisování.

- 5 Dalším předmětem vynálezu je způsob barvení staviv, jako je beton, pigmenty se sazemi, který spočívá v tom, že se briketované nebo lisované granuláty z pigmentových sazí a pomocných prostředků, vyrobené způsobem podle vynálezu, smíchají se stavivem v množství od 0,1 do 10 % hmotnostních, výhodně od 1 do 5 % hmotnostních, vztaženo na cement.

- 10 Granuláty, vyrobené podle vynálezu, se rovněž mohou výhodně použít v disperzních barvách a pastách.

- 15 Dalším předmětem vynálezu je způsob barvení organických prostředí, jako jsou lakové systémy, plasty a barevné pasty, pigmenty sazí, který spočívá v tom, že briketované nebo lisované granuláty ze sazí, vyrobené podle vynálezu, se míchají s organickým prostředím v množství od 0,1 do 10 % hmotnostních, vztaženo na organické prostředí.

Zkoušení dispergovatelnosti ve stavivech se provádí na cementové maltě měřením barevné intenzity proti hranolům, zhotoveným z bílého cementu.

- 20 Poměr cementu ke křemičitému písku 1 : 4, hodnota voda–cement 0,35, pigmentace 1,2 %, vztaženo na cement, použitá míchačka firmy RK Toni Technik, Berlín, s míchací nádobou 5 l, typ 1551, počet otáček 140 otáček/min., násada 500 g cementu. Po 100 s se odebraly 3 vzorky míchání (300 g), a zhotovilo se zkušební tělísko (5 x 10 x 2,5 cm) za tlaku (2,07 kPa). Tvrdnutí zkušebního tělíska: 24 hodin při 30 °C a při relativní vlhkosti vzduchu 95 % s následným sušením 4 hodiny při 60 °C. Měření barevných hodnot pomocí přístroje Dataflash 2000 Datacolor International, Kolín, 4 měřicí body pro kámen, pro pigmentovanou směs 12 měřicích bodů. Získané střední hodnoty se srovnávaly s hodnotami referenčního vzorku. Posuzovala se barevná odchylka E_{ab} a barevná intenzita (referenční vzorek = 100 %) (DIN 5033, DIN 6174). Dispergovatelnost se označila jako dobrá při odchylce barevné intenzity do 5 % proti referenčnímu vzorku a jako uspokojivá při odchylce do 10 %.

- 35 Sypkost se zkoušela posuzováním chování při sypání z nálevky s objemem 100 ml s otvorem 6 mm podle testu ASTM D 1200–88. Sypkost se označila jako dobrá, když se materiál sypal volně. Když k sypání materiálu nedošlo, nebo když se materiál sypal jen za klepání, označila se sypkost jako nedostatečná.

- 40 Stanovení jemného podílu jako zbytku na síti probíhalo na síti VA podle DIN 4188 s velikostí ok 80 μ m na prosévacím stroji s proudem vzduchu typu Alpina 200 LS. Použilo se 20 g zkoušeného vzorku. Jemný podíl se odsával v průběhu 5 minut a získalo se množství hrubého podílu na síti.

- 45 Zkoušení dispergovatelnosti v plastech probíhalo podle předpisu z DIN 53 775, díl 7: "Prüfung von Farbmitteln in wechmacherhaltigen Polyvinylchlorid (PVC–P) Formmassen; Bestimmung der Dispergierhärte durch Walzen".

- 50 Zkoušený pigment se disperguje v PVC při 160 ± 5 °C na míchací válcové stolici. Získaná vrstva na válci se rozdělila a jedna polovina se pak vystavila zvýšenému stříhovému namáhání válcováním při teplotě místnosti. Jako měřítko pro dispergovatelnost platí u pestrých pigmentů barevný odstup delta E podle CIELAB (DIN 5033, 6174) mezi vrstvou PVC, válcovanou za horka a vrstvou, válcovanou za studena. Dobře dispergovatelný pigment je již plně dispergován při nízkých střížných silách, zatímco pro plné dispergování těžko dispergovatelného pigmentu jsou nutné při válcování při nízké teplotě zvýšené střížné síly. Proto platí: čím menší je barevná odchylka delta E, případně rozdíl normalizované barevné hodnoty Y, tím je pigment lépe dispergovatelný. Dispergovatelnost má velký význam zejména u granulátů, protože se nejprve musejí
55 rozdělit částice granulátu, které se pak mají dispergovat v plastu. Pro granuláty je žádoucí stejně

dobrá dispergovatelnost, jako u odpovídajícího práškového pigmentu, takže hodnoty delta E, případně Y, pro prášek a granulát se nemají podstatně lišit.

- 5 Měření jemného prachu pro zjištění pevnosti granulátů probíhá podle DIN 55 992. Prášivost granulátů se může měřit pomocí přístroje Heubach "Dustmeter". Vynášený jemný prach z otáčivého bubnu, jímž proudí vzduch o definované síle, se určuje vázkově na filtru ze skleněných vláken. Měřením po různých dobách zatížení se rovněž může zaznamenat průběh vývoje prachu jako funkce mechanického namáhání.

10 Příklady provedení vynálezu

V dalším se tento vynález na příkladech blíže osvětluje, aniž by se v těchto příkladech spatřovalo omezení.

15 Příklad 1

- 500 g sazí Corasol C 30 (výrobek fy. Degussa, pigmentové saze, uhlík se specifickým povrchem 27 m²/g), případně 500 g sazí Monarch 800 (výrobek fy. Cabot Corp., technické saze, uhlík se specifickým povrchem 210 m²/g) se míchalo 18 minut v míchačce s ligninsulfonátem amonným a strojním olejem V 100 (minerální olej s kinematickou viskositou 100 mm²/s při 40 °C v různých množstvích). Směs se lisovala na zhutňovači typu WP50N (Alexanderwerk, Remscheid, válcový lis s průměrem válce 15 cm a šířkou válce 5 cm) při různých liniových silách a pak se rozmělněvala na jemném granulátoru RFG (Alexanderwerk, Remscheid, síťový granulátor s plochou síta 180 x 140 mm) se sítí o velikosti ok 1,5 mm. Rozmělněný produkt se rozdělil na dvě frakce pomocí síta s velikostí ok 250 μm. Frakce nad 250 μm se odzkoušela a vykazovala dobrou sypkost (odpovídající prášek měl špatnou sypkost). Ostatní data o frakci, jakož i o výchozím prášku jsou v tabulce I. Relativní intenzita barvy v betonu byla měřena proti odpovídajícímu výchozímu prášku. Kromě toho byla přepočtena relativní intenzita barvy v betonu na obsah pigmentu v granulátu (teoretická hodnota).

30

Příklad 2

- 500 g sazí Corasol C 30 (výrobek fy. Degussa) se 18 minut míchalo v míchačce s 8 % ligninsulfonátu amonného a 1 % strojního oleje V 100. Směs se pak lisovala na zhutňovači typu WP50N (Alexanderwerk, Remscheid) při 7 kN/cm a pak se rozmělnila na jemném granulátoru RFG (Alexanderwerk, Remscheid) se sítí o velikosti ok 1,5 mm.

35

- Část rozmělněného produktu se na síti s velikostí ok 250 μm rozdělila na dvě frakce. Frakce nad 250 μm (60 % množství) se odzkoušela a vykazovala dobrou sypkost (odpovídající prášek měl špatnou sypkost).

40

- Druhá část rozmělněného produktu (asi 150 g) včetně jemného podílu se granulovala 5 minut v bubnu o průměru 15 cm při 60 otáčkách za minutu. Při tom se jemný podíl na 100 % nabalil. Též tento produkt vykázal dobrou sypkost a dostatečnou dispergovatelnost. Prášivost v Dustmetru Heubach však byla u obou produktů znatelně rozdílná. Zhutněný, rozdrcený a dodatečně granulovaný materiál vykázal 1328 mg prachu, zatímco zhutněný, drcený, prosátý a dodatečně negranulovaný materiál vyvinul při zkoušce jen 548 mg prachu. Výchozí prášek vyvinul v Dustmetru 2669 mg prachu.

50

Tabulka I

	Přísada	Liniový tlak (kN/cm)	Sypná hustota (g/ml)	Výtěžek (%)
Práškové saze CorasolC30 [1]		-	0,40	-
Granulát sazí 1 z prášku [1]	8 % LS+ 1 % olej	7	0,48	60
Granulát sazí 2 z prášku [1]	8 % LS+ 1 % olej	5	0,46	52
Práškové saze Monarch 800 [@]	-	-	0,20	-
Granulát sazí 3 z prášku [2]	1 % LS+ 1 % olej	7	0,27	47

LS – ligninsulfonát amonný

Olej – strojní olej V100

5

Tabulka I (pokračování)

	Doba výtoku (sek.)	Rel. intensita barvy v betonu (%)	Rel. intesita barvy v betonu (teoreticky %)
Práškové saze CorasolC30 [1]	nesype se	100	100
Granulát sazí 1 z prášku [1]	33	81	89
Granulát sazí 2 z prášku	32	85	93
Práškové saze Monarch 800 [@]	nesype se	100	100
Granulát sazí 3 z prášku [2]	-	90	92

10

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby lisovaných nebo briketovaných granulátů z pigmentů ze sazí s pomocnými přípravky, **vyznačující se tím**, že
 - a) pigment ze sazí nebo více pigmentů ze sazí se smíchá s jedním pomocným přípravkem nebo s více pomocnými přípravky, které podporují zpracovatelnost,
 - b) tato směs se podrobí kroku lisování nebo briketování válcovými nebo matricovými lisami,
 - c) tento lisovaný nebo briketovaný produkt se rozmělní,
 - d) rozmělněný produkt se rozdělí na dvě nebo více frakcí,
 - e) frakce, v níž je nejméně 85 % částic větších než 80 μm, výhodně větších než 100 μm, nebo ležící mezi 80 a 2 000 μm, výhodně mezi 100 μm a 1 000 μm, se odebere jako produkt a případně se v dalším kroku zaoblí, přičemž se další frakce z procesu vyřadí nebo vrátí zpět.
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se před krokem c) briketovaný nebo lisovaný produkt z kroku b) rozdělí na dvě frakce, hrubá frakce, v níž je nejméně 85 % částic větších než 500 μm, výhodně větších než 600 μm, se předá do kroku c) a rozmělní se

25

a druhá, jemná frakce se zavede do kroku d), aby se v kroku d) odděleně od produktu z kroku c) nebo společně s ním rozdělila.

3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se rozmělněný produkt rozdělí v d) na dvě frakce, přičemž se jemný podíl menší než 80 µm z procesu vyřadí, nebo se do procesu vrátí, a hrubá frakce větší než 80 µm se případně v dalším kroku zaoblí.
4. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se rozmělněný produkt v kroku d) rozdělí na tři frakce, přičemž se jemný a hrubý podíl z procesu vyjmou nebo se do procesu vrátí a střední frakce mezi 80 a 2 000 µm se případně v dalším kroku zaoblí.
5. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se krok zaoblování e) provede s odstraněním prachového podílu.
6. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že se produkt, získaný v kroku d), případně vzniklý zaoblením podle kroku e), povrství pomocnými prostředky.
7. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že se jako pomocné prostředky používají voda, soli ze skupiny fosforečnanů, uhličitánů, dusičnanů, síranů, chloridů, křemičitanů, hlinitanů a boritanů, polysacharidy a deriváty celulózy, oleje z biologických surovin, rafinované minerální oleje na parafinické nebo naftenické bázi, synteticky vyrobené oleje, alkylfenoly, glykoly, polyethery, polyglykoly, deriváty polyglykolů, kondenzační produkty bílkovin s mastnými kyselinami, alkylbenzensulfonáty, alkylnaftalensulfonáty, ligninsulfonát, sulfatovaný polyglykolether, melaminformaldehydové kondenzáty, naftalenformaldehydové kondenzáty, glukonová kyselina, polyhydroxysloučeniny nebo jejich vodné roztoky.
8. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že se pomocný prostředek použije v množství 0,001 až 10 % hmotnostních, vztaženo na použitý pigment.
9. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že se krok lisování nebo briketování b) provádí při liniový tlacích od 0,1 do 50 kN/cm, výhodně od 0,1 do 20 kN/cm.
10. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že se krok rozmělnění c) provádí proséváním přes protlačovací síto s velikostí ok od 0,5 do 4 mm, výhodně od 0,5 do 2,5 mm, výhodněji od 1 do 2 mm.
11. Způsob podle jednoho nebo více nároků 1 až 10, **vyznačující se tím**, že se krok zaoblování e) provádí na otáčivém talíři, v otáčivém bubnu, v prosévacím zařízení nebo ve vířivém loži.
12. Použití granulátů, vyrobených způsobem podle nároků 1 až 11, k výrobě disperzních barev a past.
13. Způsob barvení staviv pigmenty ze sazí, **vyznačující se tím**, že se briketované nebo lisované granuláty, vyrobené podle nároků 1 až 11, smísí se staviv v množství od 0,1 do 10 % hmotnostních, vztaženo na cement.
14. Způsob barvení organických medií pigmenty ze sazí, **vyznačující se tím**, že se briketované nebo lisované granuláty, vyrobené podle nároků 1 až 11, smísí s organickým materiálem v množství od 0,1 do 10 %, vztaženo na organický materiál.

Konec dokumentu
