

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 147263 B



DIREKTORATET FOR  
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(21) Patentansøgning nr.: 0060/76

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>: C 08 J 3/22

(22) Indleveringsdag: 08 jan 1976

C 09 C 3/10

(41) Alm. tilgængelig: 10 jul 1976

(44) Fremlagt: 28 maj 1984

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 09 jan 1975 DE 2500664

(71) Ansøger: \*DEGUSSA AKTIENGESELLSCHAFT; 6000 Frankfurt 1, DE.

(72) Opfinder: Peter \*Werle; DE, Hans \*Graef; DE, Erwin \*Walter; DE.

(74) Fuldmægtig: Internationalt Patent-Bureau

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af sod/formstof-præparater indeholdende i organiske opløsningsmidler opløselig polymer

DK 147263 B

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af sod/formstof-præparater indeholdende i organiske opløsningsmidler opløselig polymer, hvilke præparater har evne til hurtigt at fordeles i organiske medier, såsom lakbindemidler, trykfarver og lignende, specielt til pigmentering af formstoffer til fremstilling af formede artikler, støbte artikler, folier og/eller spindefibre.

Sådanne sod/formstof-præparater anvendes som følge af deres gunstige forhold mellem pigmentindhold og volumen, da der på grund af dette kan spares væsentlige lager- og transportomkostninger.

Det er kendt at fremstille sod/formstof-præparater, der indeholder sod, i form af såkaldte chips, ved at blande soden i formstoffet ved hjælp af valseværker, ælteapparater, ekstrudere eller lignende kraftigt dispergerings-

værktøj og fordele blandingen i disse til en opdelelig masse og derpå frembringe chips af denne. Sod/formstof-præparater opnået på denne måde har den ulempe, at de som følge af de ved deres fremstilling benyttede store forskydningskræfter kan indeholde polymer, der er termisk forandret og som forringer de anvendelsestekniske egenskaber af koncentraterne. Således fører den termiske påvirkning ved præparatbearbejdningen hyppigt til en højere polymerisationsgrad af polymeren, der ved videreforarbejdningen, f.eks. til en lak, medfører tab af glans, dannelse af prikker og dårlig opløselighed.

Der er beskrevet forskellige fremgangsmåder til fremstilling af pigmentpræparater, herunder sodpræparater.

Således beskriver tysk fremlæggelsesskrift nr. 1.469.638 en fremgangsmåde til fremstilling af sodholdige pigmentpræparater, ved hvilken sod og dimethylformamid formales sammen under tilstedeværelse af triethanolamin eller p-phenylendiamin. Det herved opnåede præparat indeholder ingen polymer således som produktet, der fremstilles efter den her omhandlede fremgangsmåde.

Et præparat af lignende art, hvori opløsningsmidlet, dimethylformamid, også tilbagebliver i slutproduktet, er beskrevet i fransk patentskrift nr. 1.292.662. Det flydende præparat indeholder her imidlertid yderligere 2-4 vægt% polyacrylonitril. Også fransk patentskrift nr. 1.217.658 beskriver fremstilling af pigmentdispersioner. Disse kan foruden et pigment bestå af et formstof og et opløsningsmiddel, der eventuelt kan fjernes, således at produktet ikke længere indeholder flygtige bestanddele. Produktet udgør imidlertid også i dette tilfælde en flydende dispersion.

Endelig beskriver fransk patentskrift nr. 1.079.477 en fremgangsmåde til fremstilling af pigmentpræparater, der også kan foreligge i fast tilstand. Ifølge dette patentskrifts eksempel 9 blandes sod med acetylcellulose under tilstedeværelse af urinstof og acetone i et ælteapparat. Produktet filtreres, og urinstoffet udvaskes med ethylalkohol. Derpå tørres ved 85°C, hvorved man får en fast masse, som findeles i en hammermølle.

Præparater, der fås ved denne kendte fremgangsmåde, er imidlertid vanskelige at indarbejde i de produkter, hvori de skal anvendes. Dette fremgår af patentskriftets eksempel 15, hvor præparat og lak må formales 1 time og blandingen derpå filtreres, før den kan anvendes.

Det er ved opfindelsen tilsigtet at tilvejebringe en fremgangsmåde til fremstilling af faste sod/formstof-koncentrater, der ved anvendelsen ikke kræver kraftige dispergeringsmaskiner og opbrydningsapparater, og som fører til produkter med ringe eller ingen pletdannelse.

Det tilsigtede opnås ved en fremgangsmåde som defineret i krav 1's kendetegnende del.

Som blandeapparat til homogeniseringen af sod/formstofblandingen i det organiske opløsningsmiddel kan man foruden andre kendte apparater anvende en skrånkivepumpe, en dobbeltsnekke, en "Silverson"<sup>®</sup>-flush-mix-blander, en excenter-snekkepumpe eller en "Suprator"<sup>®</sup>-blander, medens den ved fremgangsmåden anvendte dispergering kan gennemføres trinvis i flere, f.eks. to, bag hinanden placerede rørværkskuglemøller.

Yderligere dispergeringsapparater, der kan anvendes, er foruden andre apparater kolloidmøller, skivemøller, trevalsestole, ultralydsdispergeringsapparater, tragtøller og højtrykshomogenisatorer.

Som organiske opløsningsmidler til opløsning af formstoffer kan ifølge opfindelsen anvendes f.eks. ketoner, syreamider, estere, ethere, alkoholer såvel som halogenerede carbonhydrider. Det foretrækkes at anvende acetone, dimethylformamid, tetrachlormethan, eddikesyreethylester, tetrahydrofuran, toluen, chloroform, methanol og/eller o-chlorphenol enten for sig eller i blanding.

Til kontinuerlig fjernelse af det organiske opløsningsmiddel fra dispersionen kan man anvende en vakuumvalsetørrer ved et arbejdstryk på op til 100 Torr, fortrinsvis 70 Torr og en valsetemperatur mellem 40 og 170°C, fortrinsvis mellem 50 og 160°C, idet koncentrationen af fast stof i dispersionen kan andrage fra 10-50 vægt%, fortrinsvis fra 14-47 vægt%. Tørstofindholdet bestemmes ved, at man tørrer f.eks. 10 g af dispersionen ved en temperatur på 10°C over opløsningsmidlets kogepunkt til opnåelse af konstant vægt.

En anden mulighed for fjernelse af opløsningsmidlet fra dispersionen består i anvendelse af en forstøvningstørrer, hvori blandingen forstøves i nitrogen eller luft, idet nitrogenindgangstemperaturen kan andrage mellem 100 og 200°C og nitrogenafgangstemperaturen mellem 60 og 100°C. Blandingen, der skal forstøves, kan have en sod/formstof-koncentration på fra 10-40 vægt%, fortrinsvis fra 15-25 vægt%.

Det anvendte sod er af gruppen HCC (High Colour Channel), RCC (Regular Colour Channel), MGC (Medium Colour Channel), LFI (Long Flow Impingement), FCF (Fine Colour Furnace), FCFm (Fine Colour Furnace medium) og/eller MCF (Medium Colour Furnace) i vilkårlig blanding eller hver for sig.

Som formstof kan anvendes polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisater, polyacrylonitril, polystyren, nitrocellulose, polyvinylchlorid, polyethylen, polymethylmethacrylat, polyamid, f.eks. et blandingskondensat af adipinsyre/hexamethylendiamin og  $\epsilon$ -caprolactam og/eller polyester, f.eks. polyethylenglycolterephthalsyreester, i vilkårlig blanding eller enkeltvis, idet forholdet mellem formstof og sod andrager fra 85:15 til 45:55, fortrinsvis fra 82:18 til 49:51. I blandingen, der skal dispergeres, kan anvendes en form-

stofkoncentration fra 6,0 til 40,0 vægt%, idet man ved dispergeringen anvender et forhold mellem formstof plus sod og opløsningsmiddel på fra 1:1,0 til 1:7,0, fortrinsvis fra 1:1,0 til 1:6,0, beregnet efter vægt.

Som blødgørere, der giver sprøde formstoffer blødhed og smidighed, eller som midler, der tilsættes organiske filmdannere for på gunstig måde at påvirke disses hårdhed, vedhæftningsevne, smidighed, elasticitet, sejhed og glans eller som midler, der tilsættes for at give produktet et godt greb og gøre det smidigt, kan anvendes fysiologisk acceptable estere, ketoner, syreamider, alkoholer, ethere og lignende, som f.eks. triphenylphosphat, butyloleat, dibutylphthalat, glyceroldiacetat, dimethylglycolphthalat, kamfer, risinusolie, epoxideret sojaolie, toluensulfonsyreester, benzophenon og lignende.

Blødgøreren kan anvendes i en koncentration på op til 20 vægt%, fortrinsvis i en mængde på 2-5%, beregnet på totalvægten af formstof og sod.

Endvidere kan der ved den omhandlede fremgangsmåde anvendes stoffer, der virker stabiliserende mod varme og lys, i en mængde på op til 2 vægt%, fortrinsvis på op til 0,5 vægt%, beregnet på totalvægten af formstof og sod.

Disse stabilisatorer tjener til at modvirke en eventuel nedbrydning af det med sod pigmenterede formstofpræparat som følge af indvirkning af varme og/eller lys. Til disse beskyttelsesstoffer hører som UV-absorbtionsmiddel f.eks. phenoliske ketoner, såsom 2-hydroxy-4-methoxy-benzophenon, og som varmostabilisator f.eks. organiske tinforbindelser.

Til gennemførelse af dispersionen kan der anvendes befugtningsmidler eller dispergeringshjælpemidler i en koncentration på op til 0,3 vægt%, fortrinsvis på op til 0,2 vægt% beregnet på totalvægten af formstof og sod. Hertil hører overfladeaktive, naturlige eller syntetiske kationiske, anioniske, amfoioniske og ikke-ioniske stoffer, som f.eks. alkylarylsulfonater eller polyethylenglycol-ethere.

Præparaterne udmærker sig ved at være findelte, fnuggede, porøse og voluminøse, hvilket muliggør en hurtig indtrængning af opløsningsmidler, lakbindemidler, polymere etc. og derfor på overraskende kort tid giver en optimal fordeling af soden i det slutprodukt, der skal fremstilles.

° Fremgangsmåden ifølge opfindelsen belyses nærmere ved hjælp af nedenstående udførelseseksempler.

## I. Fremstilling af sod/formstof-præparater.

## Eksempel 1

774 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandings-  
polymerisat, K-værdi 43, massefylde  $1,36 \text{ g/cm}^3$   
20 g blødgørere  
5 g stabilisator  
1 g befugtningsmiddel  
200 g sod "Regent" (reg. varemærke)  
2050 g acetone

Blandingen af pulverformet sod og pulverformet formstof tilføres sammen med acetonen, som indeholder blødgøreren, stabilisatoren og befugtningsmidlet, til en dobbeltsnekke, hvorfra den afgår som en homogeniseret opløsning. Denne opløsning tilføres to efter hinanden anbragte perlemøller med forskellig perlefyldning til for- og findispergering, og den færdige dispersion aftages ved møllehovedet.

a) Dispersionen befries for opløsningsmiddel på en vakuumvalsetørrer ved en valsetemperatur på  $70^\circ\text{C}$  og et tryk på 60 Torr. Det fremkomne sod/formstof-præparat med en meget ringe rumvægt findeles ved rivning og formales derpå til pulver.

b) Dispersionen fortyndes ved tilsætning af acetone til et tørstofindhold på 20% og forstøvningstørres under anvendelse af tostofdysse, der drives med nitrogen, ved  $120^\circ\text{C}$  i en nitrogenatmosfære. Sod/formstofpræparatet fremkommer som små porøse kugler.

Den anvendte sod "regent" hører til klasse HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung" *)	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Partikelstørrelse $m_\mu$ (nm)	10
BET-overflade $\text{m}^2/\text{g}$	420

\*) "Weissausmischung" er en værdi som bestemmes på flg. måde: Den sod, som skal karakteriseres, blandes med  $\text{TiO}_2$  og færges i forholdet 1:30:100. Blandingens farve sammenlignes med et standardpræparat, som indeholder en standardsod med stor farveevne, og som tildeles værdien 1. Er farveevnen af den sod, som prøves, mindre, fås en værdi  $< 1$ , f.eks. 0,82.

Den til karakterisering af formstoffet i eksempel 1 og i de følgende eksempler anvendte K-værdi er en for viskositeten af formstofferne af Fikentscher [(Cellulosechemie 13, 60 (1932)] defineret størrelse.

## Eksempel 2

774 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat,  
 K-værdi 43, massefylde 1,36 g/cm<sup>3</sup>  
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 200 g sod FW 1  
 2800 g acetone

Den anvendte sod FW 1 hører til klassen HCC II (High Colour Channel) og har følgende data:

Nitrometerindeks	64
"Weissausmischung"	0,86
Oliebehov g/100 g	880
Massefylde efter stampning g/ml	0,13
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	13
BET-overflade $m^2$	320

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

## Eksempel 3

674 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat  
 K-værdi 43, massefylde 1,36 g/cm<sup>3</sup>  
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 300 g sod S 160  
 2850 g acetone

Den anvendte sod S 160 hører til klassen MCC (Medium Colour Channel) og har følgende data:

Nigrometerindeks	76
"Weissausmischung"	0,98
Oliebehov g/100 g	560
Massefylde efter stampning g/ml	0,13
pH-værdi	5
Gennemsnitlig partikelstørrelse $m\mu$ (nm)	20
BET-overflade $m^2$	150

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

#### Eksempel 4

574 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat  
 K-værdi 43, massefylde  $1,36 \text{ g/cm}^3$   
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 400 g sod SS4  
 2600 g acetone

Den anvendte sod SS4 hører til klassen LFI (o) og har følgende data:

Nigrometerindeks	80
"Weissausmischung"	0,86
Oliebehov g/100 g	300
Massefylde efter stampning g/ml	0,19
pH-værdi	3
Gennemsnitlig partikelstørrelse $m\mu$	25
BET-overflade $m^2$	180

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

## Eksempel 5

574 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat  
 K-værdi 43, massefylde  $1,36 \text{ g/cm}^3$   
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 400 g sod "Printex" 140 U (reg. varemærke)  
 2500 g acetone

Den anvendte sod "Printex" 140 U hører til klassen RCC og har følgende data:

Nigrometerindeks	80
"Weissausmischung"	0,91
Oliebehov g/100 g	360
Massefylde efter stampning g/ml	0,13
pH-værdi	5
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m \mu$ (nm)	29
BET-overflade $m^2$	96

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

## Eksempel 6

474 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat  
 K-værdi 43, massefylde  $1,36 \text{ g/cm}^3$ , molekylvægt  
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 500 g sod "Printex" 400  
 1400 g acetone

Den anvendte sod Printex 400 hører til klassen FCFm og har følgende data:

Nigrometerindeks	84
"Weissausmischung"	1,01
Oliebehov g/100 g	330
Massefylde efter stampning g/ml	0,30
pH-værdi	10
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m \mu$ (nm)	25
BET-overflade $m^2$	95

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

Eksempel 7

474 g polyvinylchlorid-polyvinylacetat-blandingspolymerisat  
 K-værdi 43, massefylde  $1,36 \text{ g/cm}^3$ , molekylvægt  
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 500 g sod "Printex" A  
 1850 g acetone

Den anvendte sod "Printex" A hører til klassen MCF og har følgende data:

Nigrometerindeks	94
"Weissausmischung"	0,73
Oliebehov g/100 g	300
Massefylde efter stampning g/ml	0,30
pH-værdi	8
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	41
BET-overflade $m^2$	46

Komponenterne forarbejdes som beskrevet i eksempel 1.

Eksempel 8

798 g polyacrylnitril, K-værdi 85, massefylde  $1,8 \text{ g/cm}^3$   
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 5650 g dimethylformamid

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Blandingen af pulverformet polyacrylonitril og pulverformet sod tilføres sammen med den anførte mængde dimethylformamid, som indeholder befugtningsmidlet, til en snekke- eller excentersnekkepumpe, udtages i homogeniseret tilstand og tilføres en rørværkskuglemølle til dispergering.

a) Dispersionen tørres på en vakuumvalsetørrer ved 145°C og 2 Torr. Det opnåede pigment/formstofpræparat formales derpå til et pulver.

b) Dispersionen fortyndes med dimethylformamid til 10% og inddampes under anvendelse af en tostofdysse. Indgangstemperaturen for den som varmemedium tjeneende nitrogen ligger ved 200°C.

Til forøgelse af rumvægten formales det således opnåede pigment/formstof-koncentrat.

#### Eksempel 9

798 g polystyren med smelteindeks 8-10 g/10 minutter ved 200°C og 5 ato, massefylde 1,04-1,05  
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 5600 g tetrachlormethan.

Den anvendte sod hører til klassen HGC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikelstørrelse m $\mu$ (nm)	10
BET-overflade m <sup>2</sup>	420

Blandingen af pulverformet polystyren og pulverformet sod tilføres sammen med tetrachlormethanen til en snekke eller excentersnekkepumpe og derpå til en rørværksmølle.

a) Dispersionen tørres derpå på en vakuumvalsetørrer ved en valsetemperatur på 65°C og et tryk på 20 Torr.

b) Dispersionen fortyndes med tetrachlormethan til et tørstofindhold på 10% og befries for opløsningsmiddel i en forstøvningstørrer ved en nitrogenindgangstemperatur på 130°C. Det fremkomne pigment/formstof-koncentrat formales yderligere til pulver.

## Eksempel 10

818 g nitrocellulosespåner med K-værdi 580  
 2 g befugtningsmiddel  
 180 g sod "Regent"  
 3100 g eddikesyreethylester.

Den anvendte sod hører til klasse HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m^{\mu}$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Den af pulverformet sod og pulverformet nitrocellulose bestående blanding tilføres sammen med eddikesyreethylesteren til en snekke eller excentersnekepumpe og derpå til en rørværkskuglemølle. Nitrocellulose, som ikke er fuldstændigt opløst, bringes hurtigt i opløsning i møllens malezone. Den ved sidste møllehoved udtagede dispersion ledes til en valsetørrer. Det ved en valsetemperatur på 50°C og 25 Torr som en hinde fremkommende præparat findeles til spåner på et passende riveapparat.

## Eksempel 11

774 g polyvinylchlorid med K-værdi 55  
 20 g blødgører  
 5 g stabilisator  
 1 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 5600 g tetrahydrofuran

Den anvendte sod hører til klasse HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m^{\mu}$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Blandingen af pulverformet PVC og pulverformet sod føres sammen med tetrahydrofuranen til en kontinuerlig forblander (snekke, excentersnekkepumpe) og efter vidtgående homogenisering føres blandingen til møller til opnåelse af en dispersion.

a) Dispersionen oparbejdes til fast koncentrat på en valsetørrer med en valsetemperatur på  $70^{\circ}\text{C}$  og ved 60 Torr. Det som hinder fremkommende produkt formales til pulver på en egnet mølle.

b) Den flydende dispersion tørres i en forstøvningstørrer ved hjælp af en tostofdysse ved en nitrogenindgangstemperatur på  $130^{\circ}\text{C}$ .

#### Eksempel 12

798 g polyethylen med smelteindeks 70 g/10 min.  
 eller D 1238-6,5 T, E, massefylde  $0,913 \text{ g/cm}^3$   
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 2800 g toluen

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu(\text{nm})$	10
BET-overflade $\text{m}^2$	420

Den af pulverformet polyethylen og pulverformet sod bestående blanding føres sammen med  $90-100^{\circ}\text{C}$  varm toluen til den til ca.  $90^{\circ}\text{C}$  opvarmede snekke eller excentersnekkepumpe. Den opnåede vidtgående homogeniserede opløsning tilføres en til  $90^{\circ}\text{C}$  opvarmet mølle.

a) Den færdige dispersion tørres på valse ved  $70^{\circ}\text{C}$  og 20 Torr.

b) Den varme dispersion fortyndes ved tilsætning af varm toluen til et tørstofindhold på 15% og forstøves ved en nitrogenindgangstemperatur på  $140^{\circ}\text{C}$ .

#### Eksempel 13

798 g polymethylmethacrylat med smelteindeks 2-4 g/10 min.  
 ved  $3,18 \text{ kg}$  og  $230^{\circ}\text{C}$ , massefylde  $1,18 \text{ g/cm}^3$   
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 4200 g chloroform

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Blandingen af pulverformet polymer og pulverformet sod føres sammen med chloroformen til en snekke eller excentersnekkepumpe, og den resulterende opløsning tilføres en mølle til dispergering.

a) Dispersionen tørres på en vakuumvalsetørrer ved en valsetemperatur på  $60^{\circ}\text{C}$  og 20 Torr. Detsom hinder fremkommende koncentrat kan formales på en passende mølle, f.eks. en stiftmølle, skæremølle, krydsslagmølle eller tandskivemølle.

b) Til tørring med en forstøvningstørrer fortynder man opløsningen med chloroform til et tørstofindhold på ca. 15% og fordamper dispersionen med en tostoffdyse ved en luftindgangstemperatur på  $110^{\circ}\text{C}$ .

#### Eksempel 14

799 g polyamidharpiks med syretal 2-7 mg KOH/g, amintal  
2-7 mg KOH/g og smeltepunkt  $115-125^{\circ}\text{C}$

1 g befugtningsmiddel

200 g sod "Regent"

1400 g ethanol

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Den af pulverformet polyamidharpiks og pulverformet sod bestående blanding ledes sammen med alkoholen til snekken eller excentersnekkepumpen og tilføres efter homogeniseringen en mølle.

a) Dispersionen oparbejdes på en vakuumvalsetørrer med en valsetemperatur på 60°C og ved 20 Torr til et fast præparat, der fremkommer som hinder. Efter formaling udgør produktet et sort pulver.

b) Til tørring i forstøvningstørrer fortyndes den flydende dispersion med alkohol til et tørstofindhold på 20% og forstøves ved en nitrogenindgangstemperatur på 120°C ved hjælp af en tørstoffdyse.

#### Eksempel 15

798 g polyester med gennemsnitlig molekylvægt 20000,  
 smeltepunkt 260°C og relativ viskositet  $\eta_{rel} = 800$   
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 6000 g o-chlorphenol

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Blandingen af pulverformet polyethylenglycolterephthalsyreester og pulverformet sod ledes sammen med den 50° varme o-chlorphenol til snekken eller exentersnekkepumpen og dispergeres i en mølle. Den flydende dispersion tørres på vakuumvalsetørrer ved 160°C og 2 Torr. Det som hinder fremkommende præparat kan formales på en egnet mølle. Det således opnåede koncentrat kan anvendes til indfarvning af polyester, således at den direkte tilsætning af i ethylenglycol dispergeret sod før polykondensationen kan undlades.

#### Eksempel 16

798 g polyamid med smelteområde 160-170°C, massefylde 1,13  
 g/cm<sup>3</sup> og varmfylde 0,5 cal/g°C  
 2 g befugtningsmiddel  
 200 g sod "Regent"  
 2400 g ethanol

Den anvendte sod hører til klassen HCC I og har følgende data:

Nigrometerindeks	59
"Weissausmischung"	0,82
Oliebehov g/100 g	1050
Massefylde efter stampning g/ml	0,11
pH-værdi	4
Gennemsnitlig partikel- størrelse $m\mu$ (nm)	10
BET-overflade $m^2$	420

Blandingen af fint pulverformet polyamid og pulverformet sod tilføres sammen med den  $40^{\circ}$  varme alkohol til en snekke eller en snekkecenterpumpe og tilføres som en i vidtgående grad homogeniseret opløsning til møller.

a) Den således opnåede dispersion oparbejdes på en vakuumvalsetørrer til fast koncentrat. Valsetemperaturen andrager hensigtsmæssigt  $60^{\circ}\text{C}$  ved et tryk på 20 Torr. Det som en hinde fremkommende produkt kan formales til pulver på en egnet mølle.

b) Til tørring i forstøvningstørrer fortyndes dispersionen ved tilsætning af ethanol til et tørstofindhold på ca. 20%, og opløsningen forstøves ved en nitrogenindgangstemperatur på  $120^{\circ}\text{C}$  ved hjælp af en tøstofduse.

## II Prøvemethoder og resultater af de anførte eksempler.

### 1. Prøvning for pletter:

- 1a) Klarlak: 10 dele bindemiddel "Hostaflex" M 131 (reg. varemærke)  
20 dele ethylacetat  
20 dele butylacetat  
50 dele methylethylketon
- 1b) Indfarvning: 173 dele klarlak 1a  
27 dele sæd/formstof-præparat.

Røretid 15 minutter i en hurtig laboratorierør.

- 1c) Prøvning: Den indfarvede klarlak påstryges med en  $50\mu\text{m}$ -rakel på en cellofanfolie. Vurderingen af dannelsen af pletter sker efter tørringen.
- 1d) Bedømmelse: 1 = særdeles mange store pletter  
2 = mange store pletter  
3 = store pletter  
4 = få pletter  
4-5 = enkelte små pletter  
5 = ingen pletter

## 2. Prøvning for sirest:

Opløsningen lb filtreres gennem en  $40\mu\text{m}$ -si og remanensen vejes efter tørring og angives i %. Produkter med en sirest på over 0,02% giver erfaringsmæssigt vanskeligheder ved indarbejdningen og må kasseres.

## 3. Resultater:

	Prøve for pletter	sirest %
1. Produkt efter den kendte teknik *)	1 - 2	0,02 til 0,5
2. Produkt ifølge opfindelsen (valsetørret) **)	5	0,0
3. Produkt ifølge opfindelsen (forstøvningstørret) ***)	4	0,015

\*) Fremstillet ved æltning og valsning af sod i formstof uden opløsningsmiddel, sammensætning ukendt.

\*\*\*) jvnf. Eksempel 1a)

\*\*\*\*) jvnf. Eksempel 1b)

## P A T E N T K R A V

Fremgangsmåde til fremstilling af sod/formstofpræparater, indeholdende i organiske opløsningsmidler opløselig polymer, og med evne til hurtigt at fordeles i organiske medier, såsom lakbindemidler, trykfarver og lignende, specielt til pigmentering af formstoffer til fremstilling af formede artikler, støbte partikler, folier og/eller spindefibre, k e n d e t e g n e t ved, at man kontinuerligt homogeniserer pulverformet polymer og pulverformet sod i et forhold på fra 85 : 15 til 45 : 55 sammen med et organisk opløsningsmiddel, der eventuelt kan indeholde mindre mængder af blødgørere, stabilisator og/eller dispergeringshjælpemiddel, i et blandeapparat, hvorefter man trinvis findispergerer soden i blandingen, hvorhos vægtforholdet mellem formstof plus sod og mængden af opløsningsmiddel andrager fra 1 : 1,0 til 1 : 7,0, fortrinsvis 1 : 1,0 til 1 : 6,0, derefter fjerner opløsningsmidlet fra dispersionen og eventuelt finderler og formaler præparatet.

Fremdragne publikationer:

DE fremlæggeskrift nr. 1469638

FR patenter nr. 1079477, 1217658, 1292662.