



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤ Int. Cl.³: C 09 B 67/20
C 09 B 67/08

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑪

643 875

⑳ Gesuchsnummer: 8934/79

㉒ Anmeldungsdatum: 03.10.1979

③① Priorität(en): 06.10.1978 GB 39682/78

㉔ Patent erteilt: 29.06.1984

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 29.06.1984

⑦③ Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

⑦② Erfinder:
Dr. Simon Gayner Lawrence, Paisley (GB)
Dr. James Hossack, Barrhead/Glasgow (GB)

⑤④ **Granulierung von Pigmenten nach dem Fliessbettverfahren.**

⑤⑦ Trockene staubarme frei-fließende Pigmentgranulate werden erhalten, indem man a) ein Pigmentpulver in ein am Fliessbett mit einem Granulierungshilfsmittel behandelt, das erhaltene Granulat gegebenenfalls mit einem oberflächenaktiven Mittel behandelt und b) das erhaltene Granulat vom Fliessbett entfernt. Als Granulierungshilfsmittel sind:

- 1) Organische Flüssigkeiten,
 - 2) Lösungen von Harzen in organischen Flüssigkeiten und
 - 3) Lösungen oder Dispersionen von Wachsen in organischen Lösungsmitteln
- bevorzugt.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung eines trockenen, staubarmen freifliessenden Pigmentgranulates, dadurch gekennzeichnet, dass man a) ein Pigmentpulver in einem Flie遥ett mit einem Granulierhilfsmittel behandelt und b) das erhaltene Granulat vom Flie遥ett entfernt.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentpulver vor der Granulierung einem Trockenmahlverfahren unterworfen oder gesiebt wird.

3. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man organische Pigmente aus der Reihe der Azopigmente, Azomethine oder ihre Metallsalze oder Metallkomplexe, Metallphthalocyanine, welche durch Halogen substituiert sein können, polycyclische Pigmente, wie Chinacridone, Dioxazine, Küpenfarbstoffe, Anthrachinone und Isoindolinone und Salze basischer Pigmente mit Heteropolysäuren des Phosphors, Wolframs, Molybdäns oder Kupferferrocyanids, verwendet.

4. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man ein anorganisches Pigment aus der Reihe des Titandioxides, des roten oder gelben Eisenoxides, Preussischblau, der Blei- und Molybdänchromate, des Cadmiumrot oder Russ verwendet.

5. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel nur ein organisches Lösungsmittel und als Ausgangspigment ein anorganisches Pigment mit einem Harzgehalt von mindestens 20% verwendet.

6. Verfahren gemäss Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man als organisches Lösungsmittel einen hochsiedenden geradkettigen aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff, der bis zu 20% aromatischen Lösungsmitteln enthalten kann, ein Dialkyladipat, -sebacat oder -phthalat, einen hochsiedenden organischen Ester oder Olefalkohol verwendet.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel eine Lösung eines Harzes in einem organischen Lösungsmittel verwendet.

8. Verfahren gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man als Harz Abietinsäure und ihre Ester, Diglykolmonostearat, Celluloseacetobutyrat; Erdalkalimetallsalze von Fettsäuren mit 2–20 C-Atomen, z.B. Stearinsäure; Fettsäuren mit 12–20 C-Atomen; Fettalkohole; Amine mit 12–20 C-Atomen, z.B. Stearylamin oder Rosinamin; Triglyceride von 12-Hydroxystearinsäure; Malein- und Phenolharze, modifizierte, z.B. hydrierte oder polymerisierte Kolophonharze, Glycerinester von Abietinsäure, Alkydharze, mit synthetischer Fettsäure modifizierte Alkydharze, Harze auf Basis von Leinöl oder Rizinusöl, Polyesterharze auf Basis von Phthalsäure, verwendet.

9. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel eine Lösung oder Dispersion eines Wachses in einem organischen Lösungsmittel verwendet.

10. Verfahren gemäss Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass man als Wachs ein Paraffinwachs, einen C₁₂–C₂₂-Fettalkohol oder ein Polyamidwachs verwendet.

11. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel ein versprühbares geschmolzenes Wachs verwendet.

12. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Menge des Granulierhilfsmittels eine Menge zwischen 5–20% bezogen auf das Pigmentgewicht verwendet.

13. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das nach Stufe a) erhaltene Granulat mit einem oberflächenaktiven Mittel nachbehandelt.

Die Erfindung betrifft die Granulierung von Pigmenten nach dem Flie遥ettverfahren.

Verschiedene Flie遥ettechniken sind bereits bekannt zur Granulierung der verschiedensten Materialien, wie z.B. Pharmazeutika, Agrikulturchemikalien, Farbstoffe, Gerbmittel, optische Aufheller und Nahrungsmittel. So ist beispielsweise in der GB-PS 1 401 304 beschrieben, wie eine Lösung, Suspension oder Schmelze in eine Trockenkammer gesprüht wird, durch welche heisse Luft geblasen wird, wobei das gebildete Granulat kontinuierlich entfernt wird. In diesem Verfahren erfolgt die Trocknung und Granulierung in einer einzigen Stufe.

Nach einer anderen bekannten Flie遥ettgranulierung wird ein Pulver in das Flie遥ett eingeführt und mit einer Lösung oder Suspension eines Bindemittels besprüht. Auf diese Weise wird das zu granulierende Material mit dem Bindemittel überzogen und die Granulatbildung erfolgt durch Aggregation der überzogenen Partikel.

Dieses Verfahren wird diskontinuierlich durchgeführt und das Ausgangsmaterial muss vor dem Granulierprozess zumindest teilweise getrocknet werden.

Keines dieser bekannten Granulierverfahren wurde bisher mit Erfolg für die Granulierung von Pigmenten eingesetzt. Der Grund liegt wahrscheinlich darin, dass man befürchten musste, dass unter den harten Bedingungen dieser Verfahren die Pigmente ihre Dispergierbarkeit verlieren würden und somit unbrauchbar für die Anwendung würden.

Die DE-OS 2 844 710 beschreibt Verfahren zur Herstellung eines trockenen staubarmen frei-fliessenden Pigmentgranulates durch Behandeln des Pigmentpulvers im Flie遥ett mit einem oberflächenaktiven Mittel und Wasser.

Es wurde nun gefunden, dass man ein trockenes, staubarmes, frei-fliessendes Granulat mit leichter Applizierbarkeit in organischen Medien erhält, wenn man

a) ein Pigmentpulver im Flie遥ett mit einem Granulierhilfsmittel in Abwesenheit von Wasser behandelt und

b) das erhaltene Granulat entfernt.

Bei der Granulierungsstufe kann gegebenenfalls das nach Stufe a) erhaltene Granulat mit einem oberflächenaktiven Mittel nachbehandelt werden. Diese zusätzliche Stufe kann weggelassen werden, wenn man von einem relativ staubarmen Pigmentpulver ausgeht. Ist das Ausgangspigment jedoch stark stäubend, so empfiehlt sich die Einschaltung dieser Stufe zur Vergrösserung des Kornes und der Fliesseigenschaften des nach Stufe a) erhaltenen Granulates.

Ein besonders geeignetes Ausgangsmaterial erhält man nach einem der üblichen Trockenmahl- oder Siebverfahren. Gewünschtemfalls kann das zu granulierende Pigment zwecks Änderung seiner Oberflächeneigenschaften, beispielsweise durch chemische Behandlung oder gröberes Vermahlen präpariert werden.

Ein ebenfalls geeignetes Ausgangsmaterial erhält man auch von Trocknern, welche das Pigment direkt in Pulverform abgeben. Die zu verwendenden Pigmentpulver können vollständig oder teilweise getrocknet und staubarm sein.

Es können organische und anorganische Pigmente verwendet werden; als Beispiele von organischen Pigmenten seien genannt: Azopigmente und Azomethine oder ihre Metallsalze oder Metallkomplexe, Metallphthalocyanine, welche durch Halogen substituiert sein können, polycyclische Pigmente, wie Chinacridone, Dioxazine, Küpenfarbstoffe, Anthrachinone und Isoindolinone und Salze basischer Pigmente mit Heteropolysäuren des Phosphors, Wolframs, Molybdäns oder Kupferferrocyanids. Als Beispiele anorganischer Pigmente seien Titandioxyd, rote und gelbe Eisenoxide, Russ, Blei- und Molybdänchromate, Preussischblau und Cadmiumrot genannt.

Das Granulierhilfsmittel hat folgende Aufgabe:

1) es benetzt die Pigmentoberfläche ausreichend für die Bildung von Agglomeraten.

2) Es gibt den so gebildeten Agglomeraten die nötige Festigkeit gegen mechanische Beanspruchung und Lagerung ohne jedoch die Dispergierbarkeit des Pigmentes im Applikationsmedium zu beeinträchtigen.

3) Es muss versprühbar und mit dem Applikationsmedium verträglich sein und soll dadurch die Pigmenteigenschaften verbessern.

Als Beispiele von Granulierhilfsmitteln seien genannt:

a) Organische Flüssigkeiten

Diese sind empfehlenswert, wenn die Oberfläche des Ausgangspigmentes gering ist, wie beispielsweise bei anorganischen Pigmenten und wenn das Pigment bereits Harz enthält, beispielsweise mindestens 20% bez. auf das Gewicht des Pigmentes. In solchen Fällen genügt das Besprühen des reszinierten Pigmentpulvers mit Lösungsmittel, wobei das Harz etwas klebrig wird und die Pigmentpartikel miteinander verklebt.

Als Beispiele organischer Flüssigkeiten seien genannt: Geradkettige aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe mit hohem Siede- und Entzündungspunkt, die bis zu 20 Gew.-% aromatische Lösungsmittel enthalten können, gebräuchliche flüssige Weichmacher für PVC, wie Dialkyladipate, -sebacate oder -phthalate, z.B. Dioktylphthalat, und andere Ester mit hohem Siedpunkt, ferner Oleylalkohol.

b) Lösungen von Harzen in organischen Flüssigkeiten

Abietinsäure und ihre Ester, Diglykolmonostearat, Celluloseacetobutyrat; Erdalkalimetallsalze von Fettsäuren mit 12–20 C-Atomen, z.B. Stearinsäure; Fettsäuren mit 12–20 C-Atomen; Fettalkohole; Amine mit 12–20 C-Atomen, z.B. Stearylamin oder Rosinamin; Triglyceride von 12-Hydroxystearinsäure; Malein- und Phenolharze, modifizierte, z.B. hydrierte oder polymerisierte Kolophonharze, Glycerinester von Abietinsäure, Alkydharze, mit synthetischer Fettsäure modifizierte Alkydharze, Harze auf Basis von Leinöl oder Rizinusöl, Polyesterharze auf Basis von Phthalsäure. Bevorzugte Lösungsmittel sind die unter a) erwähnten.

c) Mischungen organischer Flüssigkeiten mit Wachsen

Das Wachs kann in eine Flüssigkeit gelöst, emulgiert oder fein dispergiert sein, wobei die Mischung in Konzentrationen von 0,1–50% in der Sprühdüse keine Paste bilden darf.

Geeignete Wachse sind Paraffine, C₁₂–C₂₂ Fettalkohole wie Cetylalkohol und Polyamidwachse. Als organische Flüssigkeit sind die unter a) genannten bevorzugt.

d) Mischungen organischer Flüssigkeiten mit Harzen und Wachsen.

Irgend eine Mischung der unter a) genannten Flüssigkeiten mit den unter b) genannten Harzen und den unter c) erwähnten Wachsen können verwendet werden.

e) Geschmolzene Wachse

Als Beispiele kommen niedrig-schmelzende Polyesterwachse in Betracht.

Die Wahl des Granulierhilfsmittels hängt von verschiedenen Faktoren ab.

Die Wahl der Art und Konzentration des Granulierhilfsmittels hängt von der Art der Applikation (z.B. ob Tinte, Lack oder plastische Masse) und der Natur der Pigmentoberfläche (z.B. ob sie polar, unpolar, hydrophil oder hydrophob ist) ab, und der spezifischen Oberfläche des Pigmentes. Die Art des Pigmentes und sein Herstellungsverfahren spielen ebenfalls eine wichtige Rolle bei der Wahl des Granulierhilfsmittels.

Die Menge liegt vorzugsweise zwischen 5–50%. Insbesondere 5–20% bezogen auf das Pigmentgewicht. Je staubreicher ein Pigment ist, desto mehr Granulierhilfsmittel wird benötigt.

Die Temperatur des Granulierhilfsmittels beim Versprühen sowie die Temperatur des Fliessbettes liegt zwischen 20–100°C, vorzugsweise zwischen 20–60°C. Bei Verwendung von Wachsen muss die Temperatur hoch genug sein um ein Erstarren des Wachses in der Düse zu verhindern. Bei Mischungen von Harzen oder Wachsen und organischen Flüssigkeiten muss die Temperatur so gewählt werden, dass die Sprühfähigkeit gewährt bleibt und eine einwandfreie Benetzung der Pigmentpartikel erfolgt. Die Zugabe des Granulierhilfsmittels kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen.

Eine bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens gemäss vorliegender Erfindung erfolgt diskontinuierlich in einer Apparatur gemäss beiliegender Zeichnung.

Zum besseren Verständnis der Erfindung und seiner bevorzugten Ausführungsform soll beiliegende Zeichnung dienen.

Die Apparatur enthält einen Behälter 1, bestehend aus einer luftgeheizten Kammer 2 und damit verbunden die Fliessbettkammer 3. Die luftbeheizte Kammer 2 ist mit einem Luftfilter 4, einem Saugrohr 5 und einem Heizkörper 6 versehen. Wahlweise kann der Ventilator sich auch im Ausgangsrohr 17 befinden, so dass die Luft durch das Fliessbett gezogen anstatt gedrückt wird. Die Kammern 2 und 3 sind durch den Gang 7, welcher ein Sieb 8 enthält, verbunden, welches den Boden der Fliessbettkammer 3 bildet.

Die Fliessbettkammer enthält eine Sprühvorrichtung bestehend aus einer Dosierpumpe 9 mit einem Eingang für die Lösung, Emulsion oder Dispersion des Granulierhilfsmittels und einen Ausgang 11, welcher zur Düse 12 führt. Über der Düse ist ein Filter 16, um das granuliertes Material in der Fliessbettkammer zurückzuhalten. Über dem Filter ist eine Reinigungsvorrichtung, bestehend aus Eingangsrohr 13, einem Hahn 14 und den Luftdüsen 15. Die Filterreinigung kann auch durch eine Schüttelvorrichtung erfolgen. Über der Fliessbettkammer befindet sich der Luftausgang 17, das zu granulierende Material 18 befindet sich im Boden der Fliessbettkammer 3.

Die Durchführung des Verfahrens erfolgt folgendermassen:

Stufe a):

Die Fliessbettkammer 3 wird mit trockenem Pigmentpulver 18 beschickt, heisse Luft wird in Kammer 2 erzeugt und durch das Pigmentpulver geblasen, um es aufzuwirbeln. Die Lufttemperatur bei Eingang beträgt 20–100°C, zweckmässig 20–60°C; die Temperatur der ausströmenden Luft beträgt 20–50°C und ist abhängig von der Temperatur der einströmenden Luft, den Zusätzen und der Verweilzeit letzterer. Der Luftstrom wird so bemessen, dass das Pulver genügend aufgewirbelt wird und ist abhängig von der Grösse der Apparatur und des Ansatzes der Grösse und Dichte der Pigmentteilchen. Der Luftstrom kann während der Granulierung verändert werden, um ihn der veränderten Partikelgrösse, Form und Dichte des Pigmentes anzupassen.

Dann wird Luft über die Düsen 15 durch den Filter 16 geleitet, um dort haftende Pigmentpartikel zum Fliessbett zurückzublasen.

Die Granulierung erfolgt durch Sprühen des Granulierhilfsmittels in den Granulierbereich 18; die zu versprühende Flüssigkeit wird der Düse 12 zugeführt und dort gegebenenfalls unter Anwendung komprimierter Luft versprüht. Die Sprühzeit hängt von den Zusätzen, deren Konzentration und Menge, der Form des Pigments, der Stärke des Luftstromes und der Temperatur ab. Gewöhnlich liegt die Zeit zwischen 5–60, vorzugsweise zwischen 10–30 Minuten.

Nach beendeter Granulierung wird die Wirbelung gewöhnlich während 1–30 Minuten aufrechterhalten um die Trocknung zu vervollständigen. Dies erfolgt vorzugsweise bei

einer Temperatur, die tiefer liegt als die Granuliertemperatur, um eine Überhitzung des Produkts zu vermeiden. Schliesslich wird das gebildete Granulat aus der Fließbettkammer entfernt.

Wird das in Stufe a) erhaltene Minigranulat mit einem oberflächenaktiven Mittel behandelt, so erfolgt dies ohne dass eine Neubeschichtung der Apparatur oder deren Öffnung erforderlich ist.

Das oberflächenaktive Mittel kann vom nichtionogenem, kationischem oder anionischem Typ sein. Diese dienen zugleich als Netz- und Bindemittel und können die Eigenschaften des Pigmentes günstig beeinflussen.

Die nicht-ionogenen oberflächenaktiven Mittel können in folgende Klassen unterteilt werden:

a) Monoäther von Polyglykolen mit langkettigen Fettalkoholen, z.B. das Kondensationsprodukt von 5–20 Mol Äthylenoxid mit einem C₁₆–C₁₈-Fettalkohol, z.B. Cetylalkohol.

b) Monoester von Polyglykolen mit langkettigen Fettamiden, z.B. die Kondensationsprodukte von 5–20 Mol Äthylenoxid mit einer Fettsäure von 12–18 C-Atomen, z.B. Laurinsäure oder Stearinsäure, insbesondere Polyoxyäthylmonolaurat.

c) Monoäther von Polyglykolen mit Alkylphenolen, z.B. Reaktionsprodukte von 5–20 Mol Äthylenoxid mit C₆–C₁₂ Alkylphenol, z.B. Nonylphenol.

d) N,N-Polyäthoxyliertes, langkettiges Fettamin, z.B. das Umsetzungsprodukt von 5–50 Mol Äthylenoxid mit einem C₁₂–C₁₈ Fettamin, z.B. Kokosamin und Tallamin.

e) N,N-Polyäthoxylierte, langkettige Fettamide, z.B. das Reaktionsprodukt von 5–50 Mol Äthylenoxid mit hydriertem Tallamid.

f) Esteräther von Polyglykolen mit cyclischen Alkoholen und Fettsäuren, z.B. Polyoxyäthylensorbitoleat oder -laurat.

g) Kondensationsprodukte von Polyglykolen, z.B. das Kondensationsprodukt von Polyoxypropylen und Polyoxyäthylenglykol und

h) Glykole von Alkinen.

Typische kationische oberflächenaktive Mittel sind sekundäre und tertiäre Amine und Alkylpropylendiamine. Diese werden entweder als Salze mit C₁–C₄ Fettsäuren oder als quaternierte Ammoniumsalze in Lösung, Dispersion oder Emulsion versprüht.

Als anionische oberflächenaktive Mittel seien die Alkali-, Ammonium- oder Aminsalze (insbesondere flüchtiger Amine von niedrigem Molekulargewicht, wie Morpholin oder Triäthylamin) von Fettsäuren oder Fettaminsulphaten, z.B. Alkalistearat, Alkalialkylsulfonat, wie Kaliumdodecylsulfonat; Alkali-Alkarylsulfonate, wie Natriumdodecylbenzolsulfonat; Fettsäuresarcosinate; sulfonierte Alkylester langkettiger Fettsäuren und Alkylsulfosuccinate, Alkalisalze von Polyacrylsäuren, sulfonierten Monoäthern von Polyglykolen mit Alkylphenolen, wie Nonylphenolen und insbesondere die Ammoniumsalze von partiell hydriertem Kolophonium.

Es können auch Mischungen verschiedener oberflächenaktiven Mittel, sowie Mischungen letzteren mit Bindemitteln oder die Pigmenteigenschaften verbessernden Mittel verwendet werden. Besonders geeignete Bindemittel sind anionische oder nicht-ionogene wasserlösliche Polymere, beispielsweise Cellulosederivate, wie Hydroxyäthylhydroxypropyl- oder Natriumcarboxymethylcellulose, ferner Polyvinylalkohol verschiedenen Hydrolysegranulates ausgehend vom Acetat und Polyvinylpyrrolidon.

Schliesslich wird in Stufe (b) das erhaltene Granulat vom Fließbett entfernt.

Das erhaltene Granulat ist praktisch trocken, d.h. es enthält in den meisten Fällen nicht mehr als 2% Wasser. Es ist staubarm, leicht zu handhaben, freifliessend und ermöglicht

ein sauberes umweltfreundliches Arbeiten ohne gesundheitliche Schäden.

In den nachfolgenden Beispielen bedeuten die Teile Gew.-Teile, und die Prozente Gewichtsprozente, sofern nichts anderes angegeben.

Beispiel 1

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

10 a) Zusammensetzung des Granulats

86,95% CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1 356 253) 13,05% Mineralöl.

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: frei fließendes staubarmes körniges Pulver.

15 Korngrößenverteilung:

<0.3 mm	0.3–0.7 mm	>0.7 mm
27%	72%	1%

c) Verfahrensbedingungen

20 Temperatur des Fließbettes 21°C

Temperatur des Granulierhilfsmittels

21°C

Luftstrom

10–15 m³/Std.

Pigmentladung

250 Teile des

25

Granulierhilfsmittel

obigen Pigmentes.

Sprühdruk

37.5 Teile Mineralöl.

Sprühzeit

0,2 at.

6–8 Minuten

30

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

35

Beispiel 2

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

40 a) Zusammensetzung des Granulates

86,94% CI Pigment Yellow 13

6,53% Staybeliteharz (partiell hydriertes Kolophonium)

6,53% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften

45

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

<0.3 mm	0.3–0.7 mm	>0.7 mm
34%	49%	17%

50

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes 75°C

Temperatur des Granulierhilfsmittels

60°C

Luftstrom

10–15 m³/Std.

55

Pigmentladung

250 Teile CI Pigment Yellow 13

Granulierhilfsmittel bestehend aus

37 1/2 Teile einer Mischung

50% Staybeliteharz

60

Sprühdruk

50% Mineralöl

Sprühzeit

0,2 at.

6–8 Minuten.

65

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 3

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

90,9% CI Pigment Yellow Co. 13

6.83% Dioktylphthalat

2.27% Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

<0.3 mm	0.3–0.7 mm	>0.7 mm
25%	74%	1%

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 13

Granulierhilfsmittel bestehend aus
25 Teilen einer Mischung
25% Staybeliteharz
75% Dioktylphthalat

Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	6–8 Min.

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 4

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung der Granulates

86.95% CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1 356 253)

2.18% Staybeliteharz

4.35% Polyesterwachs

6.52% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung

<0.3 mm	0.3–0.7 mm	>0.7 mm
22%	67%	11%

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	50–60°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile des obigen Pigmentes
Granulierhilfsmittel	37 ¹ / ₂ Teile einer Mischung bestehend aus 16 ² / ₃ % Staybeliteharz 33 ¹ / ₃ % Polyesterwachs 50% Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	6–8 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 5

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

90.66% CI Pigment Yellow No. 13 (hergestellt gemäss GB-PS 1 356 253)

1,51% Staybeliteharz

7.53% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften

0.3% Hydroxypropylcellulose

Aussehen: staubarmes freifliessendes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

<0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–0.5 mm	0.5–0.7 mm	0.7–1.0 mm	>1,0 mm
4,5%	17.9%	62.2%	7.6%	3.4%	4.4%

c) Verfahrensbedingungen

1. Stufe.

Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	90 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile des obigen Pigments
Granulierhilfsmittel	25 Teile einer Mischung bestehend aus 16.67% Staybeliteharz 83.33% Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	6–8 Minuten

2. Stufe.

Temperatur des Fließbettes	90°C
Temperatur des Zusatzes	21°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Zusatz	220 Teile einer Mischung aus Hydroxypropylcellulose 4,5% Ammoniaklösung (SG=0.880) 95.16% Wasser
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	50 Minuten
Trocknungszeit	10 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 6

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

88.89% CI Pigment No. 15.3

8.89% Paraffin-Spindelöl

0.44% Carboxymethylcellulose

1.78% Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften

Aussehen – körniges Pulver, das wesentlich staubärmer als das Ausgangspigment ist.

Korngrößenverteilung		
< 0.3 mm	0.3–0.5 mm	> 0.5 mm
21,7%	29,3%	49%

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe

Temperatur des Fließbettes	21 °C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	90 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment 15.3
Granulierhilfsmittel	25 Teile Paraffin- Spindelöl
Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	6–8 Minuten

2. Stufe

Temperatur des Fließbettes	90 °C
Temperatur des Zusatzes	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Zusatz	210 Teile einer Mischung aus 0,6% Carboxy- methylcellulose 2,38% Staybelite- harz Ammoniumsals 5,7% Ammoniak- lösung (SG=0,880) 91,32% Wasser
Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	40 Minuten
Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 7

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates:

90,9% CI Pigment Red No. 101
9,1% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges frei fließendes Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3–0.5 mm	> 0.5 mm
17,1%	26,9%	56%

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	21 °C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	90 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile CI Pigment Red 101
Granulierhilfsmittel	50 Teile Mineralöl
Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	12–14 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in eine lithographische Drucktinte eingearbeitet. Die etwas

geringere Farbstärke der mit dem Granulat erhaltenen Färbung ist auf den Gehalt an Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

Beispiel 8

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.:

a) Zusammensetzung des Granulates:

86,95% CI Pigment Yellow 62.1

10 13,05% Oleylalkohol

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–0.5 mm	> 0.5 mm
15 11,4%	31,4%	26,8%	30,4%

c) Verfahrensbedingungen

Temperatur des Fließbettes	90 °C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 62.1
Granulierhilfsmittel	37,5 Teile Oleylalkohol
Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	10–12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 9

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

85,80% CI Pigment Yellow No. 109

12,87% Mineralöl

0,43% Carboxymethylcellulose

40 0,90% Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes, körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

< 0.3 mm	0.3–1.0 mm	1.0–1.6 mm	> 1.6 mm
45 20,8%	30,3%	24%	24,9%

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	
Temperatur des Fließbettes	90 °C
50 Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment 109
55 Granulierhilfsmittel	37,5 Teile Mineralöl
Sprühdruck	0,2 at
Sprühzeit	10–12 Minuten

2. Stufe

60 Temperatur des Fließbettes	90 °C
Temperatur des Zusatzes	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Zusatz:	175 Teile einer Mischung aus 0,7% Carboxymethyl- cellulose 1,5% Staybelite- harz, Ammoniumsals
65	

	5.7% Ammoniak- lösung (SG=0.880)
	92.1% Wasser
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	25 Minuten
Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Alkyd-Melaminharzlack eingearbeitet. Es ist kein Unterschied in den Färbungen feststellbar.

Beispiel 10

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

86.95% CI Pigment Yellow No. 93
0.16% «Wolframid 7» Harz (Polyamidharz)
12.89% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

<0.15 mm	0.15–0.5 mm	0.5–0.7 mm	>0.7 mm
1.5%	11.5%	78%	9.0%

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	70°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 93
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile einer Mischung aus 1,2% «Wolframid 7»-Harz 98,8% Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorationslack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltene Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 11

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

88.89% C.I. Pigment Yellow No. 34
8.89% Mineralöl
0.44% Carboxymethylcellulose
1.78% Staybeliteharz

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	
Temperatur des Fließbettes	90°C
Granulierhilfsmittels	21°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile CI Pigment Yellow 34
Zusatz	50 Teile Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	12–14 Minuten

2. Stufe

Temperatur des Fließbettes	90°C
----------------------------	------

Temperatur des Zusatzes	21°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Zusatz	340 Teile einer Mischung aus 0.74% Carboxymethylcellulose

5

Sprühdruck

Sprühzeit

15 Trocknungszeit

21°C
10–15 m ³ /Std.
340 Teile einer Mischung aus 0.74% Carboxymethylcellulose
2.94% Staybeliteharz (als Ammoniumsalz)
5.28% Ammoniaklösung (SG=0.880)
91.04% Wasser
0.2 at
55 Minuten
5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorlack eingearbeitet. Es ist kein Unterschied der Färbung feststellbar.

Beispiel 12

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

86.95% CI Pigment Yellow 13
0.16% «Wolframid 7»-Harz
12.89% Mineralöl

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: Staubarmes körniges Pulver.

Korngrößenverteilung

<0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–0.5 mm	0.5–0.7 mm	>0.7 mm
4%	11.6%	39.3%	36.4%	8.7%

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	90°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	75°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Yellow 13
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile einer Mischung aus 1.2% «Wolframid 7»-Harz 98.8% Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	9–10 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen des Granulates und des Ausgangspulvers werden in eine litographische Drucktinte eingearbeitet. Es sind keine Unterschiede in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 13

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

90.9% C.I. Pigment White No. 6
1.52% Pentalyn 255 (Maleinsäure-Kondensationsharz)
7.58% 2-Äthylhexansäure

b) Physikalische Eigenschaften:

Staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung

<0.15 mm	0.15–0.5 mm	0.5–1.0 mm	>1.0 mm
5.8%	24.8%	47.7%	21.7%

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	90°C
----------------------------	------

Temperatur des Zusatzes	21°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile
Granulierhilfsmittel	CI Pigment White 6
	50 Teile einer
	Mischung aus
	16.67% Pentalyne 225 Harz
	83.33% 2-Äthylhexansäure
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gerade Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einen Dekorlack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltene Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 14

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt:

a) Zusammensetzung des Granulates:

90.91% C.I. Pigment White No. 6

9.09% Reomol D 79/P (Gemischter Phthalatweichmacher)

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes frei fließendes körniges Pulver.

Korngrößenverteilung:

<0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–1.0 mm	>1.0 mm
17.7%	28.8%	27.8%	25.7%

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	90°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	500 Teile

Granulierhilfsmittel	CI Pigment White 5
	50 Teile
	Reomol D 79/P
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	10–12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Es war kein Unterschied in den Anwendungseigenschaften feststellbar.

Beispiel 15

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

87.93% CI Pigment Red No. 144

8.79% Solvesso 150 (Kohlenwasserstoffgemisch)

3.06% Staybeliteharz

0.22% Carboxymethylcellulose

b) Physikalische Eigenschaften:

Aussehen: staubarmes körniges Pulver

Korngrößenverteilung:

<0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–0.5 mm	0.5–1.0 mm	>1.0 mm
7.5%	20.3%	15.3%	35.3%	21.6%

c) Verfahrensbedingungen:

1. Stufe	
Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile des obigen Pigmentes
Granulierhilfsmittel	31.25 Teile einer Mischung
	20% Staybeliteharz
	80 Mineralöl
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	12–14 Minuten
2. Stufe	
Temperatur des Fließbettes	90°C
Temperatur des Zusatzes	21°C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Zusatz	110 Teile einer Mischung aus
	0.57% Carboxymethylcellulose
	2.23% Staybeliteharz (als Ammonsalz)
	88.2% Wasser
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	20–25 Minuten
Trocknungszeit	5 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Teile Granulat und Ausgangspigment werden in einem Dekorlack eingearbeitet. Die mit dem Granulat erhaltene Färbung ist etwas schwächer, was auf den Gehalt eines Granulierhilfsmittels zurückzuführen ist.

Beispiel 16

Trockenes Pigmentpulver wird in den Behälter der in der Zeichnung abgebildeten Apparatur eingeführt.

a) Zusammensetzung des Granulates

86.95% C.I. Pigment Red No. 144

13.05% Remol D79/P

b) Physikalische Eigenschaften

Korngrößenverteilung

<0.15 mm	0.15–0.3 mm	0.3–0.5 mm	0.5–0.7 mm	0.7–1.0 mm	>1.0 mm
6.9%	16.3%	31.9%	26.2%	13.5%	5.2%

c) Verfahrensbedingungen:

Temperatur des Fließbettes	21°C
Temperatur des Granulierhilfsmittels	21 °C
Luftstrom	10–15 m ³ /Std.
Pigmentladung	250 Teile CI Pigment Red 144
Granulierhilfsmittel	37.5 Teile Reomol D79/P
Sprühdruck	0.2 at
Sprühzeit	10–12 Minuten

d) Anwendungseigenschaften:

Gleiche Mengen Granulat und Ausgangspigment werden in weichgemachtes PVC eingearbeitet. Die etwas geringere Farbstärke der Granulatfärbung ist auf das Granulierhilfsmittel zurückzuführen.

