



(10) **DE 10 2009 013 902 A1** 2010.09.23

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2009 013 902.8**

(22) Anmeldetag: **19.03.2009**

(43) Offenlegungstag: **23.09.2010**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C08F 222/00** (2006.01)

**C08F 222/06** (2006.01)

**C09D 123/24** (2006.01)

**C09D 133/00** (2006.01)

(71) Anmelder:

**Clariant International Limited, Muttenz, CH**

(74) Vertreter:

**Paczkowski, M., Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., Pat.-Ass.,  
64289 Darmstadt**

(72) Erfinder:

**Bach, Sebastijan, Dipl.-Ing., 86462 Langweid, DE;  
Hohner, Gerd, Dr., 86368 Gersthofen, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Verwendung von Copolymerisaten als Additive für Lacke**

(57) Zusammenfassung: Fein verteilte Copolymerwachse, die sich insbesondere als Additive für Lacke eignen, hergestellt durch

a) Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit ungesättigten Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden in Gegenwart mindestens eines Radikalstarters und  
b) anschließende Mikronisierung durch Vermahlung oder Sprühung,

dadurch gekennzeichnet, dass die Partikel der vermahlenden oder versprühten Copolymerwachse kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm sind. Bevorzugt sind 98 bis 99,5% der Partikel, insbesondere 99,5 bis 100% der Partikel kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm.

**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft die Verwendung von Copolymerwachsen als Additive für Lacksysteme. Die Copolymerwachse werden hergestellt durch radikalisch initiierte Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen mit ungesättigten Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden. Die Erfindung betrifft weiterhin so hergestellte und durch Mikronisierung feinteilig zerkleinerte Copolymerwachse.

**[0002]** Die Verwendung von feinverteilten Wachsen in allen gebräuchlichen Lacksystemen ist heute Stand der Technik und dient u. a. dazu, dem Lackfilm erhöhte mechanische Widerstandsfähigkeit zu verleihen sowie Mattierungseffekte zu bewirken. Durch den Wachszusatz werden die Kratz- und Abriebfestigkeit verbessert, gleichzeitig erhält die Filmoberfläche infolge diffuser Streuung des einfallenden Lichtes an den fein verteilten Wachspartikeln ein mattes Aussehen. Weiterhin sorgen die Wachszusätze für eine wirksame Dispergierung der Lackpigmente und verringern deren Absetzneigung. Wachse verbessern das Gleitverhalten (den „slip“) und beeinflussen vorteilhaft die haptischen Eigenschaften des Lackfilms. Mit Hilfe von Wachsen lässt sich das rheologische Verhalten des Lacksystems optimieren. In Pulverlacken sorgen Wachse für eine Durchsatzserhöhung bei der Fertigung im Extruder und sind als Entgasungshilfe wirksam.

**[0003]** Als Lackadditive bewährt haben sich seit längerer Zeit Kohlenwasserstoffwachse, insbesondere Fischer-Tropsch- und Polyethylenwachse, hergestellt durch katalytische Aufbaureaktion aus Synthesegas bzw. durch Ethylenpolymerisation auf radikalischem Weg oder mittels Ziegler- oder Metallocenkatalyse (Adhäsion 11 (1977), S. 311; EP 0 890 619). Gebräuchlich sind auch sogenannte Abbauwachse, die durch thermische Degradation von Polyethylen-Kunststoffen entstehen. In allen diesen Fällen handelt es sich um unpolare, gerad- oder verzweigt-kettige aliphatische Strukturen. Weiterhin sind funktionalisierte Wachse mit mehr oder minder hohem Anteil an polaren Gruppen in Gebrauch, hergestellt z. B. durch oxidativen Abbau von Polyethylen oder Polyethylenwachsen. Geeignete polare Wachse sind außerdem Amidwachse (EP-B-0 028 713) sowie Estergruppen enthaltende Wachse, beispielsweise Montan- oder Carnaubawachs, wie in der DE-A-10 224 845 beschrieben. Die letztgenannte Schrift offenbart darüber hinaus die Verwendung von Wachsmischungen, die neben zahlreichen anderen polaren Substanzen auch Copolymere aus  $C_5$ - $C_{18}$ -Olefinen mit Maleinsäureanhydrid enthalten können.

**[0004]** Für die Einarbeitung der Kohlenwasserstoffwachse in das Lacksystem kommen unterschiedliche Verfahren in Frage. Beispielsweise kann man das Wachs in einem Lösemittel heiß lösen und erhält durch anschließendes Abkühlen feinteilige flüssige Dispersionen oder Massen von pastenartiger Konsistenz, die mit dem Lack abgemischt werden. Möglich ist weiterhin die Vermahlung der Wachse in Gegenwart von Lösemitteln. Nach einer weitverbreiteten Technologie werden die Wachse auch als Feststoffe in Form von feinstverteilten Pulvern („Mikronisaten“) in die Lackrezeptur eingerührt. Die Feinstpulver werden entweder durch Mahlung, z. B. in Luftstrahlmøhlen, oder durch Versprøhung hergestellt. Die Partikelgrößen derartiger Pulver liegen in der Regel zu 100% unterhalb 50 µm, die mittleren Partikelgrößen (Medianwerte)  $d_{50}$  unterhalb 15 µm. Voraussetzung für die Vermahlbarkeit zu Mikronisat ist eine nicht zu niedrige Härte bzw. Sprödigkeit der Wachsprodukte.

**[0005]** Ein wichtiger Aspekt bei der Anwendung von mikronisierten Wachsen ist ihre Affinität zu den Hauptkomponenten des Lacks, in den sie eingebracht werden. Erwünscht ist eine schnelle und gründliche Benetzung des Wachspulvers durch die umgebende Flüssigkeit, so dass eine rasche Verteilung und wirksame Dispergierung erfolgen kann. Dies spielt bei allen aus polaren Komponenten zusammengesetzten, insbesondere bei wässrigen Lacksystemen eine entscheidende Rolle. Vor allem hinsichtlich dieser Anforderung besteht bei den heute eingesetzten wachsartigen Lackadditiven Optimierungsbedarf.

**[0006]** Aufgabe war es daher, für Lacksysteme einfach zugängliche Additive zur Verfügung zu stellen, mit denen sich gute Kratz- und Abriebfestigkeiten sowie gute Mattierungseffekte erreichen lassen und die sich insbesondere durch ein verbessertes Verhalten hinsichtlich der Einrühr- und Dispergierbarkeit auszeichnen.

**[0007]** Überraschend wurde gefunden, dass wachsartige Copolymere aus langkettigen alfa-Olefinen und ungesättigten Polycarbonsäuren bzw. deren Derivaten in diesem Sinne in hervorragender Weise geeignet sind.

**[0008]** Ein Gegenstand der Erfindung ist daher die Verwendung von Copolymerwachsen als Additive für Lacke, wobei die Copolymerwachse durch Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit ungesättigten Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden in Gegenwart mindestens eines Radikalstarters hergestellt werden.

**[0009]** Ein weiterer Erfindungsgegenstand sind so hergestellte und anschließend durch Vermahlung oder

Versprühung in einen fein verteilten Zustand gebrachte Copolymerwachse, dadurch gekennzeichnet, dass die erzeugten Partikel kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm sind. Die Erfindung umfasst weiterhin derartige feinverteilte Copolymerwachse mit einem Medianwert  $d_{50}$  der Partikelgrößenverteilung unterhalb 15 µm, bevorzugt unterhalb 12 µm, besonders bevorzugt unterhalb 10 µm.

**[0010]** Radikalisch hergestellte Umsetzungsprodukte aus langkettigen  $\alpha$ -Olefinen und Maleinsäureanhydrid sind bekannt. Beispielsweise wird in der US-Patentschrift 3,553,177 ein Verfahren zur Copolymerisation von Gemischen aliphatischer Olefine mit Maleinsäureanhydrid beschrieben. Die Reaktion wird mit Hilfe von Peroxiden und in Gegenwart von Ketonen als Lösungsmitteln durchgeführt. Umsetzungsprodukte aus langkettigen Olefinen mit Maleinsäureanhydrid sind weiterhin aus DE-OS 3 510 233 bekannt.

**[0011]** In EP-A-1 693 047 werden Copolymerwachse für kosmetische Zubereitungen offenbart, hergestellt aus  $C_{26}$ - $C_{60}$ - $\alpha$ -Olefinen und Maleinsäureanhydrid.

**[0012]** Als  $\alpha$ -Olefine kommen erfindungsgemäß solche mit Kettenlängen von 28 bis 60, bevorzugt von 30-60 C-Atomen in Frage. Es können sowohl kettenreine Olefine als auch Olefingemische eingesetzt werden, wie sie z. B. in den bekannten Herstellverfahren als Destillationsschnitte oder Destillationsrückstände anfallen. Technische  $\alpha$ -Olefingemische, insbesondere solche mit höherer Kettenlänge, können neben 1-Alkenen mehr oder minder hohe Mengen innen- und seitenständige olefinische Doppelbindungen (Vinyl- und Vinylidengruppen) enthalten.

**[0013]** Repräsentative Beispiele für die zur Umsetzung mit den  $\alpha$ -Olefinen verwendeten ungesättigten Polycarbonsäuren bzw. Anhydride sind Maleinsäure, Fumarsäure, Citraconsäure, Mesaconsäure, Aconitsäure oder Itaconsäure bzw. die Anhydride dieser Polycarbonsäuren, soweit zugänglich. Bevorzugt ist Maleinsäureanhydrid. Es können auch Mischungen dieser Polycarbonsäuren und Anhydride in beliebigen Verhältnissen eingesetzt werden. Das Einsatzverhältnis der Polycarbonsäuren bzw. Anhydride zur Eduktkomponente  $\alpha$ -Olefin liegt zwischen 1:20 und 1:3, bevorzugt zwischen 1:10 und 1:4, besonders bevorzugt zwischen 1:7 und 1:5 Gewichtsteilen. Dementsprechend liegt der Einsatz von Polycarbonsäure bzw. Anhydrid, bezogen auf  $\alpha$ -Olefin, zwischen 5 und 33 Gew.-%, bevorzugt zwischen 10 und 25 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 14,3 und 20 Gew.-%.

**[0014]** Die Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Copolymerwachse erfolgt in an sich bekannter Weise durch Umsetzung der oben genannten Komponenten bei erhöhter Temperatur unter Zusatz von organischen oder anorganischen radikalbildenden Initiatoren. Die Reaktion kann in Gegenwart oder in Abwesenheit eines Lösungsmittels durchgeführt werden. Letzteres Verfahren ist bevorzugt. Weiterhin kann die Umsetzung sowohl diskontinuierlich batchweise, z. B. im Rührkessel oder aber in einem kontinuierlich arbeitenden Reaktor erfolgen.

**[0015]** Geeignete organische Initiatoren sind z. B. Peroxide, beispielsweise Alkylhydroperoxide oder Dialkyl- oder Diarylperoxide, Diaroylperoxide, Perester oder Azoverbindungen. Bevorzugt sind Dialkylperoxide, speziell bevorzugt ist Di-tert.-butylperoxid. Es kommt jedoch auch jeder andere Initiator in Frage, sofern er bei der gewählten Reaktionstemperatur in Radikale zerfällt und die Reaktion in Gang zu setzen vermag. Die Initiatoren kommen in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 5,0 Gew.-%, bezogen auf eingesetztes  $\alpha$ -Olefin, zur Anwendung.

**[0016]** Die Reaktionstemperaturen liegen, wenn die Reaktion in Abwesenheit von Lösungsmittel durchgeführt wird, oberhalb der Schmelztemperatur des  $\alpha$ -Olefins, z. B. zwischen 100 und 200°C, bevorzugt 120 bis 180°C, besonders bevorzugt zwischen 140 und 170°C.

**[0017]** Die erfindungsgemäß verwendeten Copolymerwachse weisen folgende Eigenschaften auf:  
 Säurezahlen, bestimmt nach DIN 53402 unter Verwendung von wasserfreiem Ethanol und Xylol, zwischen 40 und 150 mg KOH/g, bevorzugt zwischen 60 und 130 mg KOH/g, besonders bevorzugt zwischen 70 und 120 mg KOH/g;  
 Dynamische Viskositäten, gemessen bei 100°C, zwischen 50 und 5.000 mPa·s, bevorzugt zwischen 100 und 3.000 mPa·s, besonders bevorzugt zwischen 200 und 2.000 mPa·s;  
 Tropfpunkte zwischen 60 und 95°C, bevorzugt zwischen 65 und 90°C, besonders bevorzugt zwischen 70 und 80°C;  
 Jodzahlen zwischen 0 und 30 g Jod/100 g, bevorzugt zwischen 3 und 20 g Jod/100 g, besonders bevorzugt zwischen 5 und 10 g Jod/100 g;  
 Stempelpenetrationen von höher als 200 bar, bevorzugt höher als 300 bar, besonders bevorzugt höher als 400

bar.

**[0018]** Die erfindungsgemäßen Wachse können in allen gebräuchlichen Lacksystemen, z. B. low/medium/high solids-Lacken, lösemittelbasierenden Lacken, wasserverdünnbaren oder wässrigen Lacken und Pulverlacken eingesetzt werden. Sie können in reiner Form oder in Mischung mit weiteren als Lackadditive geeigneten Stoffen verwendet werden. Insbesondere sind Kombinationen mit anderen unpolaren oder polaren Wachsen möglich. In Frage kommen z. B. Kohlenwasserstoffwachse, etwa mikro- oder makrokristalline Paraffine, Fischer-Tropsch-Paraffine oder Polyethylen- oder Polypropylenwachse. Diese können auch polar modifiziert sein, z. B. durch Oxidation oder in sonstiger Weise, etwa durch Pfropfung oder Copolymerisation mit sauerstoffhaltigen Monomeren. Ebenso möglich sind Kombinationen mit anderen Klassen von Wachsen, z. B. Amidwachsen oder Esterwachsen in natürlicher oder chemisch veränderter Form, z. B. Montan- oder Carnaubawachsen. Als nicht wachsartige Zusatzstoffe sind geeignet z. B. niedrig- oder hochmolekulares Polytetrafluorethylen, Sorbitanester, Polyamide, Polyolefine, Polyester sowie anorganische Substanzen wie Siliziumdioxid oder Silikate.

**[0019]** Die Einarbeitung der erfindungsgemäßen Wachse oder Wachsmischungen in die Lackfarbe erfolgt in üblicher Weise über Lösemitteldispersionen, Pasten oder durch einfaches Einrühren mikronisierter Wachspulver. Letztere Verfahrensweise ist bevorzugt.

**[0020]** Die Mikronisierung kann durch Versprühung der Wachsschmelze oder durch Mahlung, z. B. mit Hilfe von Luftstrahlmühlen erfolgen. Der Versprühung oder Vermahlung kann sich gegebenenfalls eine Klassierung anschließen.

#### Beispiele:

**[0021]** Die dynamischen Viskositäten der geschmolzenen Produkte wurden nach DIN 53019-1 bis 3 mit einem Rotationsviskosimeter, die Tropfpunkte nach ASTM D 3954 bestimmt. Die Säurezahlbestimmung erfolgte nach DIN 53402, mit dem Unterschied, dass die verwendeten Lösemittel Toluol und Ethanol in wasserfreier Form eingesetzt wurden, um eine hydrolytische Aufspaltung der Anhydridgruppen zu vermeiden. Die Bestimmung der Jodzahl erfolgte nach DIN EN 14111. Die Stempelpenetration als Maß für die Härte wurde nach der DGF-Methode M-III 9e gemessen (vgl. Fiebig, Braun, Fett/Lipid 98, 1996, Nr. 2, 86). Die Partikelgrößenanalyse bei Mikronisaten wurde durch Laserbeugung mittels eines Gerätes des Typs Mastersizer 2000 (Malvern) unter Verwendung der Dispergiereinheit Scirocco 2000 durchgeführt.

#### Herstellung der Copolymerwachse

**[0022]** 2.500 g  $\alpha$ -Olefin  $C_{30+}$  (Olefinmischung der Fa. ChevronPhillips) wurden in einer mit Rührwerk, Innenthermometer und Destillationsbrücke ausgestatteten Glasapparatur unter Stickstoffüberlagerung aufgeschmolzen. Anschließend wurde die in Tab. 1 angegebene Menge an Maleinsäureanhydrid, verteilt auf sechs gleiche Portionen in Abständen von jeweils 30 min zudosiert. Innerhalb des gleichen Zeitraums wurde aus einem Tropftrichter kontinuierlich 50 g Di-tert.-butylperoxid zugegeben. Anschließend ließ man 1 h nachreagieren. Hierauf wurden flüchtige Anteile i. Vak. (ca. 30 mbar) abdestilliert. Nach ca. 30 min wurde durch Einleiten von Stickstoff auf Normaldruck entspannt. Die Daten der resultierenden Copolymerwachse sind in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Copolymerwachse aus  $\alpha$ -Olefin  $C_{30+}$  und Maleinsäureanhydrid

Beispiel	Einsatzmenge Maleinsäure anhydrid <sup>1)</sup> Gew.-%	Säurezahl mg KOH/g	Viskosität/100°C mPa·s	Tropfpunkt °C	Stempelpenetration bar	Jodzahl g Jod/100 g
1	15,0	80	329	74	510	8,2
2	18,0	93	2767	73	580	6,0

<sup>1)</sup> bezogen auf eingesetztes  $\alpha$ -Olefin

## Anwendungstechnische Prüfungen

**[0023]** Die auf einer Luftstrahlmühle 100 AFG (Hosokawa Micron) mikronisierten Wachse (100 kleiner als 25–30 µm,  $d_{50}$ -Werte zwischen 7,5 und 8,5 µm) wurden unter Rühren langsam und kontinuierlich in die Lackrezepturen eindosiert und danach unter intensivem Rühren mit Hilfe einer Dissolver-Scheibe 20 Minuten dispergiert.

**[0024]** Der Gleitreibungskoeffizient der Lackfilme wurde mit einem Friction Peel Tester 225-1 (Hersteller Thwing-Albert Instruments) bestimmt.

**[0025]** Die Messgrößen Transmission, haze (Trübung) und clarity (Bildschärfe) wurden mit Hilfe eines haze-gard plus-Gerätes ermittelt (Hersteller Sheen Instruments).

**[0026]** Zur Messung der Kratzfestigkeit nach Bosch diente ein Härteprüfstab Modell 318 (Hersteller Erichsen).

**[0027]** Für die Vergleichsbeispiele wurden folgende Handelsprodukte eingesetzt:  
Crayvallac WN 1135: Polar modifiziertes mikronisiertes Polypropylenwachs, Hersteller Cray Valley  
Ceridust 9615 A: Amidwachs enthaltendes mikronisiertes Wachsgemisch, Clariant International Ltd.

**[0028]**  
Ceridust 5551: Mikronisiertes Esterwachs, Clariant International Ltd..

**[0029]**  
Ceridust 3920 F: Mikronisiertes PTFE enthaltendes Polyethylenwachs, Clariant International Ltd.

**[0030]**  
Ceridust 3731: Mikronisiertes säurefunktionelles Polyethylenwachs, Clariant International Ltd.

## Prüfung in einem Nitrocellulose-Lack

**[0031]**

## Rezeptur:

	Gew.-Teile
Walsroder Nitrocellulose E 560 30%ig in Isopropanol (Dow Wolff Cellulosics)	14,3
Alkydal F 26 X (60%ig in Xylol) (Alkydharz, Bayer)	16,7
Palatinol IC (Diisobutylphthalat) (BASF)	1,5
Unimoll BB (Benzylbutylphthalat) (Lanxess)	1,5
Butylacetat	11,4
Ethylacetat	18,5
	Gew.-Teile
Methylisobutylketon	5,0
Ethylglycol	3,0
Toluol	12,0
Xylol	12,6
Baysilone OL 17 (1%ig in Xylol) (Bayer)	3,5

## Ergebnisse:

Beispiel Nr.	Wachsadditiv	Zusatzmenge Gew.-%	Glanzgrad (Winkel 60°)	Transmission %	Haze %	Clarity %	Gleitreibungskoeff.	Kratzfestigkeit nach Bosch N
Referenz	Ohne Wachs	-	152	91	1	100	0,74	0,1
1	aus Beispiel 1	2	31	90	45	57	0,50	0,8
2	aus Beispiel 1	4	14	90	72	29	0,46	0,4
3	aus Beispiel 2	2	29	90	43	58	0,51	0,9
4	aus Beispiel 2	4	12	91	70	29	0,44	0,5
V 1	Crayvallac WN 1135	2	29	90	44	58	0,58	0,7
V 2	Crayvallac WN 1135	4	13	90	70	28	0,54	0,2
V 3	Ceridust 9615 A	2	29	90	44	59	0,54	0,5
V 4	Ceridust 9615 A	4	13	89	70	29	0,49	0,3

**[0032]** Die Eindispersierung der erfindungsgemäßen Wachse in den Lack erfolgte deutlich rascher als die der Vergleichsprodukte.

## Prüfung in einem 2-Komponenten PUR-Lack

**[0033]**

## Rezeptur:

Komponente 1	Gew.-Teile
Desmophen 1300/75%ig in Xylol (Bayer)	32,0
Walsroder Nitrocellulose E 510 in 20% ESO (Dow Wolff Cellulosics)	1,5
Acronal 4 L 10%ig in Ethylacetat (BASF)	0,2
Baysilone OL 17 10%ig in Xylol (Bayer)	0,2
Ethylacetat	10,4
Butylacetat	11,0
Methoxypropylacetat	10,8
Xylol	8,9
Summe	75,0
Komponente 2	Gew.-Teile
Desmodur IL (Bayer)	14,2
Desmodur L 75 (Bayer)	9,4
Xylol	1,4
Summe	25,0

## Ergebnisse:

Bei- spiel Nr.	Wachsadditiv	Zusatz- menge Gew.-%	Glanz- grad (Winkel 60°)	Trans- mission %	Haze %	Clarity %	Gleitrei- bungs- koeff.	Kratzfestig- keit nach Bosch N
Refe- renz	Ohne Wachs	-	159	91	0	100	0,68	0,1
5	aus Beispiel 1	2	61	90	18	68	0,37	0,4
6	aus Beispiel 1	4	28	90	39	51	0,35	0,8
V 5	Crayvallac WN 1135	2	72	90	13	72	0,38	0,2
V 6	Crayvallac WN 1135	4	36	90	30	48	0,36	0,7
V 7	Ceridust 9615 A	2	73	90	12	73	0,41	0,2
V 8	Ceridust 9615 A	4	39	90	26	51	0,38	0,5
V 9	Ceridust 5551	2	62	90	18	69	0,48	0,6
V 10	Ceridust 5551	4	26	89	40	42	0,49	0,6
V 11	Ceridust 3920 F	2	76	90	12	74	0,40	0,3
V 12	Ceridust 3920 F	4	42	90	26	54	0,38	0,6

**[0034]** Die Eindispersgierung des erfindungsgemäßen Wachses in den Lack erfolgte deutlich rascher als die der Vergleichsprodukte.

Prüfung in einem wässrigen Acryllack

**[0035]**

## Rezeptur:

	Gew.-Teile
Viacryl VSC 6295w/45WA (Solutia)	88,5
Butylglykol	3,8
Ethylidiglykol	2,0
Entmineralisiertes Wasser	4,0
Coatex BR 100 (Coatex)	0,4
Surfynol DF 110 (Biesterfeld Spezialchemie)	0,5
BYK 348 (Byk-Chemie)	0,2
BYK 347 (Byk-Chemie)	0,2
BYK 380 N (Byk-Chemie)	0,4

## Ergebnisse:

Bei- spiel Nr.	Wachsadditiv	Zusatz- menge Gew.-%	Glanz- grad (Winkel 60°)	Trans- mission %	Haze %	Clarity %	Gleitrei- bungs- koeff.	Kratzfestig- keit nach Bosch N
Refe- renz	Ohne Wachs	-	153	91	0	100	0,56	0,1
7	aus Beispiel 1	2	60	90	21	66	0,37	0,6
8	aus Beispiel 1	4	31	90	39	45	0,37	0,3
V 13	Crayvallac WN 1135	2	65	90	22	72	0,36	0,6
V 14	Crayvallac WN 1135	4	35	90	38	52	0,36	0,5
V 15	Ceridust 9615 A	2	70	90	22	75	0,35	0,5
V 16	Ceridust 9615 A	4	37	90	40	55	0,34	0,3
Bei- spiel Nr.	Wachsadditiv	Zusatz- menge Gew.-%	Glanz- grad (Winkel 60°)	Trans- mission %	Haze %	Clarity %	Gleitrei- bungs- koeff.	Kratzfestig- keit nach Bosch N
V 17	Ceridust 3731	2	53	91	23	74	0,38	0,4
V 18	Ceridust 3731	4	27	90	42	55	0,37	0,8

**[0036]** Die Eindispersgierung des erfindungsgemäßen Wachses in den Lack erfolgte deutlich rascher als die der Vergleichsprodukte.

Prüfung in einem wässrigen UV-Lack

**[0037]**

## Rezeptur:

	Gew.-Teile
Bayhydrol UV VP LS 2282 (Bayer)	60,0
Dehydran 1293 (Cognis)	0,80
Irgacure 500 (Ciba)	0,50
BYK 348 (Byk-Chemie)	0,50
Wasser	36,8
SchwegoPUR 8050 (Schwegmann)	0,90

## Ergebnisse:

Bei- spiel Nr.	Wachsadditiv	Zu- satz- men- ge Gew.- %	Glanz- grad (Win- kel 60°)	Trans- missi- on %	Haze %	Clarity %	Gleit- rei- bungs- koeff.	Kratzfestigkeit nach Bosch N
Refe- renz	Ohne Wachs	-	152	91	1	99	0,83	0,1
9	aus Beispiel 1	2	52	90	20	57	0,49	0,7
10	aus Beispiel 1	4	22	90	46	32	0,4	1,1
V 19	Crayvallac WN 1135	2	58	90	22	65	0,48	0,5
V 20	Crayvallac WN 1135	4	26	90	43	38	0,43	1,2
V 21	Ceridust 9615 A	2	68	90	19	68	0,52	0,6
V 22	Ceridust 9615 A	4	31	90	39	43	0,42	0,9

**[0038]** Die Eindispersierung des erfindungsgemäßen Wachses in den Lack erfolgte deutlich rascher als die der Vergleichsprodukte.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- EP 0890619 [\[0003\]](#)
- EP 0028713 B [\[0003\]](#)
- DE 10224845 A [\[0003\]](#)
- US 3553177 [\[0010\]](#)
- DE 3510233 A [\[0010\]](#)
- EP 1693047 A [\[0011\]](#)

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- DIN 53402 [\[0017\]](#)
- DIN 53019-1 [\[0021\]](#)
- ASTM D 3954 [\[0021\]](#)
- DIN 53402 [\[0021\]](#)
- DIN EN 14111 [\[0021\]](#)
- Fiebig, Braun, Fett/Lipid 98, 1996, Nr. 2, 86 [\[0021\]](#)

## Patentansprüche

1. Fein verteilte Copolymerwachse, hergestellt durch
  - a) Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit ungesättigten Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden in Gegenwart mindestens eines Radikalstarters und
  - b) anschließende Mikronisierung durch Vermahlung oder Sprühung,**dadurch gekennzeichnet**, dass die Partikel der vermahlenen oder versprühten Copolymerwachse kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm sind.
2. Fein verteilte Copolymerwachse nach Anspruch 1, wobei 98 bis 99,5% der Partikel, insbesondere 99,5 bis 100% der Partikel kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm sind.
3. Fein verteilte Copolymerwachse gemäß Anspruch 1 und/oder 2, gekennzeichnet durch einen Medianwert  $d_{50}$  der Partikelgrößenverteilung unterhalb 15 µm, bevorzugt unterhalb 12 µm, besonders bevorzugt unterhalb 10 µm.
4. Verwendung von Copolymerwachsen als Additive für Lacke, wobei die Copolymerwachse durch Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit ungesättigten Polycarbonsäuren oder deren Anhydriden in Gegenwart mindestens eines Radikalstarters hergestellt werden.
5. Verwendung von Copolymerwachsen gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass diese Säurezahlen zwischen 40 und 150 mg KOH/g, bevorzugt zwischen 60 und 130 mg KOH/g, besonders bevorzugt zwischen 70 und 120 mg KOH/g, bestimmt nach DIN 53402 unter Verwendung von wasserfreiem Ethanol und Toluol aufweisen.
6. Verwendung von Copolymerwachsen nach Anspruch 4 und/oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass diese dynamische Viskositäten, gemessen bei 100°C, zwischen 50 und 5.000 mPa·s, bevorzugt zwischen 100 und 3.000 mPa·s, besonders bevorzugt zwischen 200 und 2.000 mPa·s aufweisen.
7. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass diese Tropfpunkte zwischen 60 und 95°C, bevorzugt zwischen 65 und 90°C, besonders bevorzugt zwischen 70 und 80°C aufweisen.
8. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass diese Jodzahlen zwischen 0 und 30 g Jod/100 g, bevorzugt zwischen 3 und 20 g Jod/100 g, besonders bevorzugt zwischen 5 und 10 g Jod/100 g aufweisen.
9. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass diese Stempelpenetrationen höher als 200 bar, bevorzugt höher als 300 bar, besonders bevorzugt höher als 400 bar aufweisen.
10. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 9, wobei die Copolymerwachse durch Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit Maleinsäureanhydrid erhalten werden.
11. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 10, wobei die Copolymerwachse durch Umsetzung von langkettigen Olefinkohlenwasserstoffen im Kettenlängenbereich größer oder gleich 28 C-Atomen mit Maleinsäureanhydrid im Gewichtsverhältnis 1:20 bis 1:3 erhalten werden.
12. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass sie in Form von Dispersionen, Pasten oder Mikronisaten eingesetzt werden.
13. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 12, wobei die Partikel der Mikronisate kleiner als 50 µm, bevorzugt kleiner als 40 µm, besonders bevorzugt kleiner als 30 µm sind und die Medianwerte  $d_{50}$  der Partikelgrößenverteilung unterhalb 15 µm, bevorzugt unterhalb 12 µm, besonders bevorzugt unterhalb 10 µm liegen.

14. Verwendung von Copolymerwachsen nach mindestens einem der vorherigen Ansprüche 4 bis 13, wobei die Copolymerwachse oder Mischungen der Copolymerwachse über Lösemitteldispersionen, Pasten oder durch Einrühren in die Lackfarbe eingearbeitet werden.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen