

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
10. November 2011 (10.11.2011)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2011/138348 A1**

- (51) Internationale Patentklassifikation:  
*B01F 3/08* (2006.01) *B01F 7/00* (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2011/057086
- (22) Internationales Anmeldedatum:  
4. Mai 2011 (04.05.2011)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:  
10161989.8 5. Mai 2010 (05.05.2010) EP
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF SE** [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **ENGEL, Robert** [DE/DE]; Im Erlich 76, 67346 Speyer (DE). **DANNER, Thomas** [DE/DE]; Marc-Aurel-Weg 5, 69469 Weinheim (DE). **SACHWEH, Bernd** [DE/DE]; Großgasse 20a, 67149 Meckenheim (DE). **JUDAT, Sonja** [DE/DE]; Ilbesheimer Weg 15, 67067 Ludwigshafen (DE). **BAUDER, Andreas** [DE/DE]; Geierstr. 6, 68199 Mannheim (DE). **DENKOV, Nikolai** [BG/BG]; 66 "SvetiNaum" ave, 1164 Sofia (BG). **TCHOLAKOVA, Slavka** [BG/BG]; "Beli Brezi" complex Bl.21, ap. 17, 1680 Sof (BG).
- (74) Anwälte: **JACOBI, Markus** et al.; Isenbruck Bösl Hörschler LLP, EASTSITE ONE, Seckenheimer Landstraße 4, 68163 Mannheim (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht:  
— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING FINE PARTICLE SUSPENSIONS BY MELT EMULSIFICATION

(54) Bezeichnung : VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG FEINTEILIGER SUSPENSIONEN DURCH SCHMELZEMULGIEREN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing fine particle suspensions by melt emulsification, comprising at least one material having a melting temperature above room temperature, comprising the following steps: (a) transferring at least one pre-emulsion comprising a continuous and a disperse phase in a rotor-stator machine, a rotor-rotor machine, or to a continuous and/or disperse phase; (b) optionally adding one or more further components to the at least one pre-emulsion in the rotor-stator machine; (c) emulsifying the at least one pre-emulsion by means of mechanical shearing and/or stretching and/or turbulence at a temperature no greater than 10 K above the melting temperature of the at least one material having a melting temperature above room temperature, or at a temperature no less than 10 K below and no greater than 10 K above the glass transition temperature or the melting temperature, as long as the material having a melting temperature above room temperature is a polymer, for producing a fine particle emulsion; and (d) cooling the fine particle emulsion for producing a fine particle suspension; wherein the disperse phase portion is in the range of 85% to 99.5% at least in step (c).

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung feinteiliger Suspensionen durch Schmelzemulgieren, enthaltend mindestens einen Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur, umfassend folgende Schritte: (a) Überleitung mindestens einer Voremulsion, enthaltend eine kontinuierliche und eine disperse Phase in eine Rotor-Stator-Maschine, eine Rotor-Rotor-Maschine oder zu einer kontinuierlichen und/oder dispersen Phase; (b) Gegebenenfalls Hinzufügen einer oder mehrerer weiterer Komponenten zu der mindestens einen Voremulsion in der Rotor-Stator-Maschine; (c) Emulgieren der mindestens einen Voremulsion unter mechanischer Scherung und/oder Dehnung und/oder Turbulenz bei einer Temperatur die maximal 10 K über der Schmelztemperatur des mindestens einen Stoffs mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, beziehungsweise bei einer Temperatur die mindestens 10 K unter und maximal 10 K über der Glasübergangstemperatur oder der Schmelztemperatur liegt, sofern der Stoffs mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur ein Polymer ist, zur Herstellung einer feinteiligen Emulsion; (d) Abkühlen der feinteiligen Emulsion zur Herstellung einer feinteiligen Suspension; wobei der Dispersphasenanteil mindestens in Schritt (c) im Bereich von 85% bis 99,5 % liegt.

WO 2011/138348 A1

## Verfahren zur Herstellung feinteiliger Suspensionen durch Schmelzemulgieren

## Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung feinteiliger Suspensionen durch Schmelzemulgieren eines Stoffs mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur. Ferner betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung feinteiliger Suspensionen zur Herstellung von Dispersionen durch Schmelzemulgieren mit hohem Dispersphasenanteil.

10

Unter dem Begriff „Dispersion“ wird ein Mehrphasensystem verstanden, welches mindestens zwei ineinander im Wesentlichen nicht-lösliche Komponenten umfasst. Dispersionen umfassen zum Einen Emulsionen, bei denen eine Flüssigkeit in Form von Tropfen in einer anderen Flüssigkeit verteilt vorliegt. Die Phase, die die Tropfen bildet, wird als disperse Phase oder innere Phase bezeichnet. Die Phase, in der die Tropfen verteilt sind, wird als kontinuierliche Phase oder äußere Phase bezeichnet.

15

Dispersionen umfassen zum Anderen Suspensionen, bei denen Feststoffpartikel in einer flüssigen kontinuierlichen Phase dispergiert sind. Außerdem gehören Stoffsysteme, die sowohl feste als auch flüssige Phasen in dispergierter Form aufweisen, ebenfalls zu Dispersionen. Beispielsweise könnte ein Feststoff in einer ersten Flüssigkeit verteilt vorliegen, wobei diese Suspension die disperse Phase einer Emulsion bildet. Man spricht in diesem Zusammenhang auch von Suspoemulsionen. Alternativ können in der kontinuierlichen Phase von Emulsionen auch Feststoffe verteilt sein.

20

25

Der Bedarf an feinteiligen Dispersionen hat in den vergangenen Jahren stark zugenommen. Beim Herstellen von Dispersionen ist es für den Erhalt eines Endprodukts mit den gewünschten Eigenschaften hinsichtlich der Größenverteilung der dispersen Phase, des Fließverhaltens und der Stabilität des Produkts gegenüber thermischer und mechanischer Belastung sowie zeitlichen Veränderungen gegenüber wichtig, dass die notwendigen Schritte des Einbringens der inneren Phase in die äußere Phase zum Herstellen eines Pre-Mixes, das Feindispersieren und das Stabilisieren des erhaltenen Produktes prozesstechnisch definiert und zuverlässig durchgeführt werden. Es entsteht zuerst eine grobe Emulsion mit geringer Viskosität als Voremulsion, auch Pre-Mix genannt. Durch weiteren Eintrag von mechanischer Energie wird die Emulsion feiner und die Viskosität steigt an. Industriell werden Dispersionen, insbesondere Emulsionen, durch verschiedene Prozesse hergestellt. Welcher Prozess ausgewählt wird, hängt von der Art der Dispersion ab sowie von der Feinheit der dispersen Phase, mit welcher eine über einen geforderten Zeitraum stabile Dispersion erhalten werden kann. Unter einer stabilen Dispersion wird ein Stoffsystem verstanden, dessen Partikelgrößenverteilung

30

35

40

und räumliche Verteilung der dispersen Phase und/oder dessen Fließverhalten, insbesondere dessen Viskosität, sich über einen vorgegebenen Zeitraum im Wesentlichen nicht durch beispielsweise Sedimentation ändert.

- 5 Zum industriellen Herstellen von Dispersionen werden für relativ grobe Dispersionen häufig Behälter mit einem Rührwerk beispielsweise einem Schaberrührwerk oder einer Rührwerksturbine eingesetzt. Für feinere Dispersionen werden zweistufige Prozesse verwendet, in welchem zunächst in einem Behälter mit Rührwerk eine Voremulsion hergestellt wird und anschließend ein Durchlauf durch eine Rotor-Stator-Maschine erfolgt. Diese kann beispielsweise eine Kolloidmühle sein. Besonders feine Dispersionen lassen sich erzielen, indem als zusätzlicher Prozessschritt das Dispergieren in einem Hochdruck-Homogenisator durchgeführt wird.

- 15 Ein weiteres Verfahren zur Herstellung von Dispersionen stellt das Schmelzemulgieren dar. Bei dem Verfahren des Schmelzemulgierens wird der Feststoff zur Herstellung einer feinteiligen Suspension oder Emulsion, die dann beispielsweise wieder zu einer stabilen Dispersion verarbeitet werden kann, geschmolzen und als Schmelze emulgiert. Prozesszeiten und Energieaufwand sind hierbei zwar bereits gegenüber anderen Verfahren reduziert, jedoch keinesfalls optimal. Ferner müssen Emulgatoren und Schutzkolloid-Systeme gefunden werden, die über einen weiten Temperaturbereich stabil und wirksam sein müssen. Diese Hilfsstoffe können bis heute nur durch aufwendige Try-and-Error-Verfahren gefunden werden und sind ein entscheidender Kostenfaktor in der Produktentwicklung und Produktion. Um sehr feinteilige Suspensionen herstellen zu können, sind bislang sehr hohe Temperaturen für den Schmelzemulsionsvorgang notwendig. Die dafür nötige hohe Temperatur schadet dabei nicht selten den Inhaltsstoffen. Darüber hinaus stellt der erhöhte Energiebedarf einen zusätzlichen negativen wirtschaftlichen Effekt dar. Der sich nach dem Schmelzemulgieren bei sehr hoher Temperatur anschließende Abkühlungsvorgang zieht einen deutlich höheren apparativen Aufwand nach sich und die Prozesszeit in die Länge. Der Aufwand ist umso größer und die Prozesszeit umso länger, wenn das Verfahren bei sehr hohen Temperaturen abläuft.

- 35 In US-A 2005/0031659 werden Öl-in-Wasser-Emulsionen, hergestellt durch Schmelzemulgieren, offenbart, die eine konzentrierte Ölphase und ein wasserlösliches Emulsionsbildungspolymer enthalten. Die disperse Ölphase beträgt mindestens 50 Gew.-% und bis zu 93 Gew.-%. Es werden bevorzugt Öle und Wachse verwendet, die eine Schmelztemperatur von unter 100 °C besitzen. Die kontinuierliche Phase umfasst auch wasserlösliche Komponenten wie Glycerin und Propylenglykol. Als Geräte für die Herstellung der Öl-in-Wasser-Emulsionen werden Küchenhilfen oder Ultra Power Mixer verwendet.

In DE-A 10 2004 055 542 wird ein Verfahren zur Herstellung einer feinteiligen Emulsion aus einer Rohemulsion offenbart. Die Rohemulsion wird durch eine poröse Membran gedrückt, die aus zwei oder mehreren übereinander liegenden Schichten aufgebaut ist. Bevorzugt werden Ultrafiltrations- und Mikrofiltrationsmembranen eingesetzt. Das Ver-  
5 fahren wird bevorzugt bei scher- und temperaturempfindlichen Stoffen eingesetzt.

In US 4,254,104 wird die Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion mit einem Ölgehalt von bis zu 90 % Öl beschrieben, die nach Herstellung auf den gewünschten Dispersphasenanteil verdünnt wird. Die Stabilisierung der Öl-in-Wasser-Emulsion wird  
10 mit nicht ionischen Emulgatoren erreicht. Die Tröpfchengrößenverteilung liegt bei unter 1 µm. Die Emulgierung wird mit Hilfe von Homomixern und Rührern erzielt.

In US 5,670,087 wird die Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion durch Schmelz-  
emulgieren mit Bitumen als Dispersphase bei einer Herstelltemperatur mit bis zu 100  
15 °C und niedriger Scherung von 10 bis 1000 s<sup>-1</sup> beschrieben. Es wird offenbart, dass die Emulgierung bei niedrigerer Temperatur als üblich stattfindet und somit sogar Hartbitumen, also Bitumen (Erdpech), das sich durch einen hohen Erweichungspunkt in Verbindung mit einer geringen Tendenz zur Verformbarkeit auszeichnet, hergestellt werden kann, das mit herkömmlichen Verfahren nicht hergestellt werden kann. Die  
20 Tröpfchengrößenverteilung liegt zwischen 2 und 50 µm. Nach der Herstellung der Emulsion wird gegebenenfalls mit Wasser verdünnt.

In US 4,788,001 wird die Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion aus hochviskosen Ölen, insbesondere Silikonölen ohne Anwendung von Wärme zur Senkung der Viskosität bei einem Dispersphasenanteil von maximal 90 % beschrieben. Das Emulgieren erfolgt mit Hilfe von Rührmixgeräten, wodurch mittlere Tröpfchengrößenverteilungen  
25 zwischen 0,5 und 1 µm erzielt werden.

Nachteilig an den Verfahren aus dem Stand der Technik ist, dass es bislang kein ökonomisches Verfahren gibt, das es erlaubt, einen bei Raumtemperatur festen Stoff energie- und komponentenschonend bei einer Temperatur, die höchstens 10 K über der Schmelztemperatur des bei Raumtemperatur festen Stoffes liegt, über eine feinteilige Emulsion in eine feinteilige Suspension zu überführen, die neben Wasser auch andere Flüssigkeiten als kontinuierliche Phase aufweisen kann.  
35

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung liegt darin, ein Verfahren bereitzustellen, das es ermöglicht, aus einem Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur eine feinteilige Suspension herzustellen, wobei die Inhaltsstoffe während des Verfahrens geschont werden und Koaleszenz oder Aggregation vermieden oder reduziert  
40 wird.

Die Aufgabe wird gelöst durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung einer feinteiligen Suspension durch Schmelzemulgieren, enthaltend mindestens einen Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur, umfassend folgende Schritte:

5

(a) Überleitung mindestens einer Voremulsion, enthaltend eine kontinuierliche und eine disperse Phase in eine Rotor-Stator-Maschine, eine Rotor-Rotor-Maschine oder zu einer kontinuierlichen und/oder dispersen Phase;

10

(b) Gegebenenfalls Hinzufügen einer oder mehrerer weiterer Komponenten zu der mindestens einen Voremulsion in der Rotor-Stator-Maschine;

15

(c) Emulgieren der mindestens einen Voremulsion unter mechanischer Scherung und/oder Dehnung und/oder Turbulenz bei einer Temperatur die maximal 10 K über der Schmelztemperatur des mindestens einen Stoffs mit der Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, beziehungsweise bei einer Temperatur die mindestens 10 K unter und maximal 10 K über der Glasübergangstemperatur oder der Schmelztemperatur liegt, sofern der Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur ein Polymer ist, zur Herstellung einer feinteiligen Emulsion;

20

(d) Abkühlen der feinteiligen Emulsion zur Herstellung einer feinteiligen Suspension;

25

wobei der Dispersphasenanteil mindestens in Schritt (c) im Bereich von 85 % bis 99,5 % liegt.

30

Unter der Schmelztemperatur eines bei Raumtemperatur festen Stoffes wird die Temperatur verstanden bei der ein Stoff, der bei Raumtemperatur fest ist, durch Temperatureintrag vom festen in den flüssigen Aggregatzustand übergeht.

35

Die Glasübergangstemperatur ( $T_G$ ) ist die Temperatur, bei der beispielsweise ein Polymer die größte Änderung der Verformungsfähigkeit aufweist. Der Glasübergang trennt den unterhalb liegenden spröden energieelastischen Bereich (=Glasbereich) vom oberhalb liegenden weichen entropieelastischen Bereich (=gummielastischer Bereich).

40

Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens liegen darin, dass die Inhaltsstoffe durch die aufgrund des hohen Dispersphasenanteils nur notwendige, maximal 10 K über dem Schmelzpunkt des bei Raumtemperatur festen Stoffes liegende Temperatur während des Schmelzemulsionsvorgangs geschont werden und gleichzeitig durch diese niedrige Temperatur Energie eingespart wird.

Vorteilhaft ist auch, dass durch die verhältnismäßig niedrige, maximal 10 K über dem Schmelzpunkt des bei Raumtemperatur festen Stoffes liegende Temperatur, die für den erfindungsgemäßen Schmelzemulsionsvorgang nötig ist, ein schnelleres Abkühlen auf einem Bereich, in dem die Suspension stabil gegen Koaleszenz und/oder Aggregation ist, möglich ist. Darüber hinaus eröffnet ein solches Schmelzemulsionsverfahren bei niedriger Temperatur auch bessere Auswahlmöglichkeiten hinsichtlich verwendbarer Emulgatoren.

Die mindestens eine Vordispersion aus Schritt (a) kann durch Vordispergieren mindestens eines bei Raumtemperatur festen Stoffes und gegebenenfalls Hilfsstoffen in einer kontinuierlichen Phase in einem Rührkessel und anschließendem Aufheizen der mindestens einen Vordispersion auf eine Temperatur, die maximal 10 K über der Schmelztemperatur des mindestens einen Stoffes mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, beziehungsweise mit Hilfe eines statischen Mixers unter kontinuierlicher Zufuhr der dispersen Phase hergestellt werden.

Die mindestens eine Voremulsion aus Schritt (a) kann auch durch direkte Zufuhr eines gemahlenden oder durch Temperatureintrag geschmolzenen Feststoffs zu einer kontinuierlichen Phase bereitgestellt werden. Die kontinuierliche Phase kann dabei Raumtemperatur oder eine Temperatur aufweisen, die bei Mischung mit dem Feststoff bis zu 10 K über dem Schmelzpunkt des mindestens einen bei Raumtemperatur festen Stoffes liegt. Die kontinuierliche Phase allein kann dabei eine wesentlich höhere Temperatur aufweisen. So kann beispielsweise Polyethylen als disperse Phase geschmolzen und über ein Zuleitungstück zu beispielsweise Wasser als kontinuierlicher Phase gegeben werden. Die so erzeugte Voremulsion kann dann gemäß Verfahrensschritt (a) über ein Zuleitungselement in eine Rotor-Stator-Maschine überführt werden.

Die verwendete kontinuierliche Phase kann hydrophil und bei Raumtemperatur flüssig sein.

Allerdings können als kontinuierliche Phase auch Flüssigkeiten eingesetzt werden, die beispielsweise lipophilen Charakter aufweisen. Beispielsweise können auch fluorierte oder perfluorierte Flüssigkeiten und Lösungsmittel Anwendung finden. Wichtig ist lediglich, dass die Phasen auch bei hohen Temperaturen nicht ineinander mischbar sind.

Unter einer Rotor-Stator-Maschine versteht man allgemein einen Homogenisierapparat, der speziell bei der Herstellung von Emulsionen zum Einsatz kommt.

40

Homogenisierapparate werden zum mechanischen Vermischen und Verrühren mehrerer miteinander nicht kompatibler Flüssigkeiten, beispielsweise Wasser und Öl, benutzt, um diese Flüssigkeiten zu einer Emulsion zu homogenisieren. Häufige Anwendung finden sie in Produktionseinrichtungen für Nahrungsmittel, chemische Erzeugnisse oder dergleichen, Versuchseinrichtungen usw. Nach dem Stand der Technik sind

5 Homogenisierapparate in den verschiedensten Ausführungen bekannt, darunter auch Rotor-Stator-Maschinen.

Rotor-Stator-Maschinen sind für Dispergierzwecke deutlich wirksamer als beispielsweise Scheiben-, Impeller- oder Propeller-Rührer. In einer Rotor-Stator-Maschine ist der durchbrochene Rotor eng von einem durchbrochenen Stator umgeben; zwischen dem

10 Rotor und dem Stator wird ein extrem hohes Scherfeld aufgebaut. Darüber hinaus sind pro Rotor-Stator-Einheit mehrere konzentrische Ringe möglich.

Das Funktionsprinzip des Rotor-Stators sieht im Wesentlichen vor, den zu homogenisierenden Stoff axial in einen Dispergierkopf anzusaugen, dort um 90° umzulenken und durch die Schlitze des Rotors zu fördern. Der Rotor rotiert hierbei mit sehr hohen Drehzahlen. Der feststehende Stator hat ebenfalls Schlitze, durch die der zu homogenisierende Stoff zum Ausgang der Rotor-Stator-Maschine gelangt.

15

Im Detail weist eine Rotor-Stator-Maschine einen in einer Rührkammer fixierten zylindrischen Stator und einen in einem Statorhohlraum angeordneten Rotor auf, dem durch einen Motor eine Drehzahl vorgegeben wird, wobei Stator und Rotor mit mehreren radial ausgebildeten Strömungskanälen versehen sind. Beispielsweise werden zwei miteinander nicht kompatible Flüssigkeiten durch eine von der Rotor-Stator-Maschine getrennt angeordnete Pumpe in den Hohlraum geleitet. Beginnt der Rotor nach Zuleitung der Flüssigkeiten zu rotieren, so wird den Flüssigkeiten eine Fliehkraft beaufschlagt, wobei die Flüssigkeiten aus den im Rotor ausgebildeten Strömungskanälen ausgestoßen, in den Spalt zwischen Rotor und Stator ausgetragen sowie schließlich in die radialen Strömungskanäle des Stators eingebracht werden. Für eine wirksame Homogenisierung von zwei oder mehr Flüssigkeiten in einer Rotor-Stator-Maschine ist es also wichtig, dass den in den Spalt zwischen Rotor und Stator eingetretenen Flüssigkeiten eine hohe Scherkraft beaufschlagt wird. Der Stator rotiert nicht, sondern bleibt stillstehend, so dass bei Beginn der Rotordrehung in den in den radialen Strömungskanälen von Rotor und Stator befindlichen Flüssigkeiten eine Wirbelströmung erzeugt wird. Weiter wird entsprechend der Rotordrehzahl den in den Spalt zwischen Rotor und Stator eingetretenen Flüssigkeiten eine Scherkraft beaufschlagt. Durch die Energie der Wirbelströmung und der Scherkraft werden die beiden Flüssigkeiten homogenisiert und schließlich über die im Stator ausgebildeten radialen Strömungskanäle als Emulsion

20

25

30

35

40 nach außen geleitet.

Bekannt sind als Rotor-Stator-Maschinen beispielsweise Zahnkranzdispergiermaschinen mit Rührwerken. Ferner gibt es Kolloidmühlen oder Hochdruckhomogenisatoren.

5 Im Unterschied zu einer Rotor-Stator-Maschine ist bei einer Rotor-Rotor-Maschine an Stelle des Stators ein mit einer zweiten von der Geschwindigkeit des ersten Rotors unterschiedlichen Geschwindigkeit rotierender Rotor enthalten. Im Übrigen entsprechen sich Rotor-Stator-Maschine und Rotor-Rotor-Maschine im Aufbau.

10 Im Folgenden werden die einzelnen Verfahrensschritte im Detail beschrieben:

In Verfahrensschritt (a) wird mindestens eine zuvor hergestellte Voremulsion, enthaltend jeweils eine kontinuierliche und eine disperse Phase, vorzugsweise aus einem Behälter in eine Rotor-Stator-Maschine oder eine Rotor-Rotor-Maschine übergeleitet.

15 Diese Überleitung kann über ein oder mehrere Zuleitungselemente, wie Zuleitungstücke bzw. Zuleitungsrohre oder Zuleitungsschläuche erfolgen. Gegebenenfalls wird die Zuleitung durch Pumpen, Über- oder Unterdruck unterstützt. Die mindestens eine zuvor hergestellte Voremulsion enthaltend jeweils eine kontinuierliche und eine disperse Phase, kann allerdings auch zu einer anderen kontinuierlichen Phase oder dispersen  
20 Phase oder einer Mischung hieraus übergeleitet werden. Ferner kann die mindestens eine zuvor hergestellte Voremulsion unterschiedlich vortemperiert sein.

Sofern mehr als eine Voremulsion verwendet wird, können diese zuvor miteinander in einem Behälter vermischt werden und als Voremulsionsmischung über eine einzige  
25 Zuleitung in die Rotor-Stator-Maschine übergeleitet werden.

Es ist jedoch auch möglich, dass jede der verschiedenen Voremulsionen separat über ein eigenes Zuleitungselement in die Rotor-Stator-Maschine übergeleitet wird. Die Zuleitung kann jeweils simultan oder je nach Voremulsionsmischung hintereinander  
30 geschaltet erfolgen.

Generell kann die Überleitung der mindestens einen Voremulsion durch kontinuierliche Zuführung über ein Zuleitungselement in die Rotor-Stator-Maschine erfolgen, oder die Überleitung der mindestens einen Voremulsion erfolgt durch diskontinuierliche, phasenweise Zuführung über ein Zuleitungselement in die Rotor-Stator-Maschine.  
35

In dem optionalen Verfahrensschritt (b) können der mindestens einen zuvor in die Rotor-Stator-Maschine übergeleiteten Voremulsion weitere Komponenten zugefügt werden. Diese weiteren Komponenten können ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend  
40 aus Hilfsstoffen, wie Emulgatoren, Dispergierhilfsmittel, Schutzkolloide und Rheologieadditive sowie weiteren dispersen Phasen.



5 Diese weiteren Komponenten können gelöst oder als Feststoff der Rotor-Stator-Maschine mit der sich darin befindlichen mindestens einen Voremulsion hinzugefügt werden. Die Zuleitung erfolgt vorzugsweise über ein beliebiges, dem Fachmann be-

10 In Verfahrensschritt (c) erfolgt die Herstellung der feinteiligen Emulsion in der Rotor-Stator-Maschine durch Emulgieren der mindestens einen Voremulsion unter mechanischer Scherung und/oder Dehnung und/oder Turbulenz bei einer Temperatur die mindestens 10 K unter und maximal 10 K über der Schmelztemperatur des mindestens

15 einen Stoffs mit der Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, beziehungsweise bei einer Temperatur die mindestens 10 K unter und maximal 10 K über der Glasübergangstemperatur oder der Schmelztemperatur des bei Raumtemperatur festen Stoffes liegt, sofern der Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur ein Polymer ist.

Bevorzugt liegt die Temperatur während des Emulgierens maximal 2 K oberhalb der Schmelztemperatur des bei Raumtemperatur festen Stoffes.

20 Besonders bevorzugt liegt die Temperatur während des Emulgierens in Höhe des Schmelzpunktes des bei Raumtemperatur festen Stoffes.

Das Emulgieren kann bei verschiedenen Scherraten von  $10^3$  bis  $10^7$   $s^{-1}$  erfolgen. Bevorzugt erfolgt das Emulgieren bei einer Scherrate von  $2,5 \times 10^4$  bis  $2,5 \times 10^5$   $s^{-1}$ .

25

Als Rotor-Stator-Maschinen können Rotor-Stator-Maschinen des Typs Zahnkranzdispergiermaschine, Kolloidmühle oder Zahnscheibenmühle verwendet werden.

30 Die feinteilige Emulsion, die am Ende des Prozessschrittes c) erhalten wird, hat vorzugsweise einen Dispersphasenanteil von 85 % bis 99,5 %.

Die durch Verfahrensschritt (c) erhaltene feinteilige Emulsion kann auch direkt ausgeleitet werden und unmittelbar in einem weiteren Verfahren verwendet werden.

35

In Verfahrensschritt (d) wird die zuvor hergestellte, feinteilige Emulsion durch Zugabe einer weiteren, auf unterhalb der Schmelz- oder Glasübergangstemperatur des bei Raumtemperatur festen Stoffs temperierten, kontinuierlichen Phase abgekühlt.

40 In einer bevorzugten Ausführungsform wird die zuvor hergestellte, feinteilige Emulsion durch Zugabe einer weiteren, auf unterhalb der Schmelz- oder Glasübergangstempera-

tur des bei Raumtemperatur festen Stoffs temperierten, kontinuierlichen Phase verdünnt.

5 In einer besonders bevorzugten Ausführungsform findet das Abkühlen in Verfahrensschritt d) gleichzeitig mit dem Verdünnen statt.

10 Hierdurch wird dann die feinteilige Emulsion in eine feinteilige Suspension überführt. Das Abkühlen mit der vorzugsweise gleichzeitigen Verdünnung der feinteiligen Emulsion kann über die Zufuhr einer kälteren Phase über eine oder mehrere Zuleitungselemente kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen. Bevorzugt erfolgt das Abkühlen und die vorzugsweise gleichzeitige Verdünnung kontinuierlich.

15 Bevorzugt liegt die Temperatur der weiteren kontinuierlichen Phase unterhalb der Schmelztemperatur der dispersen Phase, aber so hoch, dass die sich beim Abkühlen und Verdünnen ergebende kontinuierliche Phase nicht erstarrt.

20 Die Verdünnung kann auf einen Dispersphasenanteil zwischen 1 und 85 % erfolgen. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt das Abkühlen mit vorzugsweise gleichzeitigem Verdünnen in Schritt (d) auf eine Endkonzentration an Dispersphasenanteil von 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 20 bis 70 Gew.-%.

25 Ein weiterer Vorteil ist, dass die feinteilige Emulsion in Verfahrensschritt (d) zwar im Zuge des Abkühlens beliebig verdünnt werden kann, aber nicht zwingend verdünnt werden muss. Hierdurch ist es möglich, feinteilige Suspensionen mit ganz verschiedenen Eigenschaften zu erzeugen, wodurch das Verfahren sehr breit und flexibel anwendbar ist. Die Abkühlung kann ebenso durch externe Kühlelemente oder durch Hinzugabe einer kontinuierlichen Phase mit identischem Dispersphasenanteil erfolgen.

30 Das Abkühlen und/oder Verdünnen kann in der Rotor-Stator- bzw. Rotor-Rotor-Maschine aber auch nach der Ausleitung in einem zusätzlichen Apparat erfolgen. Das Abkühlen und Verdünnen kann nacheinander oder gleichzeitig erfolgen. Bevorzugt erfolgt das Abkühlen und Verdünnen gleichzeitig. Durch das Verdünnen reduziert sich die Koaleszenz und Aggregatbildung; ferner kommt es zu einer schnelleren Abkühlung und einer besseren Fließfähigkeit bei Raumtemperatur.

35 An das Verfahren schließt sich üblicherweise ein Ausleitungsschritt an. Dieser Ausleitungsschritt kann über gängige Ausleitungsvorrichtungen erfolgen. Die ausgeleitete, feinteilige Suspension wird in einen Sammelbehälter oder direkt als Bestandteil in einen neuen Prozess überführt. Dieser Sammelbehälter kann beispielsweise auch ein Vorlagebehälter sein. Im Falle der kontinuierlichen Kreisfahrweise kann statt eines

40

Sammelbehälters auch Rückleitung in eine Rotor-Stator- oder Rotor-Rotor-Maschine erfolgen.

5 Der mindestens eine Stoff dessen Schmelzpunkt oberhalb der Raumtemperatur liegt, stellt die disperse Phase dar.

10 In einer besonders bevorzugten Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist der mindestens eine Stoff, dessen Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Wachsen, Fetten, Polymeren und Oligomeren.

15 Ein Oligomer ist ein Molekül, das aus mehreren strukturell gleichen oder ähnlichen Einheiten aufgebaut ist. Die genaue Anzahl der Einheiten ist offen, befindet sich jedoch meistens zwischen 10 und 30. Oft wird bei einem Oligomer auch von einer definierten Anzahl von Einheiten ausgegangen, während Polymere fast immer eine mehr oder weniger breite Molmassenverteilung aufweisen. Oligomere sind meist technische Vorstufen von Polymeren. Weiterhin können Stoffe enthaltend mindestens ein vernetzbares Polymer und einen Vernetzer eingesetzt werden, wobei die Schmelztemperatur des Vernetzers oberhalb der Schmelztemperatur des Polymers liegt.

20 Beispiele für Wachse sind Polymerwachse, PE-Wachse, langkettige Alkane, natürliche Wachse wie beispielsweise Bienen- oder Carnaubawachs.

25 Beispiele für Fette sind Triglyceride, Triacylglyceride, synthetische Fette.

Beispiele für Polymere sind thermoplastische Polymere. Besonders bevorzugt wird als Polymer mindestens ein thermoplastisches Polymer eingesetzt.

30 Unter thermoplastischen Polymeren versteht man Kunststoffe, die sich in einem bestimmten Temperaturbereich einfach (thermoplastisch) verformen lassen. Dieser Vorgang ist reversibel, das heißt er kann durch Abkühlung und Wiedererwärmung in den schmelzflüssigen Zustand beliebig oft wiederholt werden, solange nicht durch Überhitzung eine Zersetzung des Materials einsetzt.

35 Thermoplastische Polymere sind beispielsweise Polyolefine wie Polyisobuten, Polybutylen und Polyethylen, Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polymethacrylat, Celluloseacetat, Celluloseacetobutyrat, sowie alle Copolymerisate von Polystyrol, Polyorganosiloxane, Polyamide und Polyester.

40 In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung handelt es sich um ein Verfahren, in dem das mindestens eine thermoplastische Polymer nicht auf Erdöl basiert.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren können die in Schritt (a) und (d) verwendeten kontinuierlichen Phasen unabhängig voneinander ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus Wasser, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol, 5 Propylenglykol, Polypropylenglykol, Polyetherole, Glycerin, organischen Carbonaten und Kohlensäureestern. Bevorzugt sind Wasser, Glycerin, Polyetherole und organische Carbonate. Insbesondere bevorzugt sind Wasser, Polyetherole und organische Carbonate.

10 Als organische Carbonate werden besonders bevorzugt Ethylencarbonat und Diethylencarbonat eingesetzt.

Darüber hinaus können in dem erfindungsgemäßen Verfahren auch Hilfsstoffe und/oder weitere Komponenten verwendet werden. Als Hilfsstoffe und/oder weitere 15 Komponenten können in dem Verfahren auch Stabilisierungshilfsmittel aus der Gruppe der Emulgatoren, der Dispergierhilfsmittel, der Schutzkolloide und/oder der Rheologieadditive eingesetzt werden.

Die Verwendung von Emulgatoren sowie Emulgatoren selbst sind dem Fachmann allgemein bekannt. 20

Die Verwendung von Dispergierhilfsmitteln ist dem Fachmann allgemein bekannt.

Unter Schutzkolloiden versteht man Suspensionsmittel, die das Agglomerieren der 25 Tröpfchen beim Übergang vom flüssigen in den festen Zustand verhindern. Beispiele für Schutzkolloide für die Verwendung in dem vorliegenden, erfindungsgemäßen Verfahren sind amphiphile Polymere sowie Stärke und Stärkederivate.

Als Rheologieadditive werden Stoffe bezeichnet, die das Fließverhalten der kontinuierlichen Phase beeinflussen. Als Rheologieadditive werden bevorzugt Verdicker verwendet. 30

Verdicker sind Substanzen, die die Viskosität eines Mediums erhöhen, es also zähflüssiger machen. 35

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird während des Emulgierens bei hoher Temperatur (Schmelzemulgieren) in Schritt (c) die disperse Phase in feine Tröpfchen zerkleinert und homogen verteilt, wobei die feinen Tröpfchen eine mittlere Tropfengröße (die mittlere Verteilung der Größe der während des Verfahrens erzeugten Tropfen) aufweisen, die im Bereich zwischen 0,05 und 100  $\mu\text{m}$  liegt. Besonders 40

bevorzugt liegt die mittlere Tropfengröße im Bereich zwischen 0,05 und 10  $\mu\text{m}$ , insbesondere zwischen 0,1 und 5  $\mu\text{m}$ .

5 An das Verfahren schließt sich üblicherweise ein Ausleitungsschritt an. Dieser Ausleitungsschritt kann über gängige Ausleitungsvorrichtungen erfolgen. Die ausgeleitete, feinteilige Suspension wird in einen Sammelbehälter oder direkt als Bestandteil in einen neuen Prozess überführt. Dieser Sammelbehälter kann beispielsweise auch ein Vorlagebehälter sein. Im Falle der kontinuierlichen Kreisfahrweise kann statt eines Sammelbehälters auch Rückleitung in eine Rotor-Stator- oder Rotor-Rotor-Maschine  
10 erfolgen.

Die Rückleitung bewirkt eine engere Partikelgrößenverteilung sowie eine bessere Zerkleinerung der Voremulsion.

15

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung feinteiliger Suspensionen durch Schmelzemulgieren, enthaltend mindestens einen Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur, umfassend folgende Schritte:
- 5
- (a) Überleitung mindestens einer Voremulsion, enthaltend eine kontinuierliche und eine disperse Phase in eine Rotor-Stator-Maschine, eine Rotor-Rotor-Maschine oder zu einer kontinuierlichen und/oder dispersen Phase.
- 10
- (b) Gegebenenfalls Hinzufügen einer oder mehrerer weiterer Komponenten zu der mindestens einen Voremulsion in der Rotor-Stator-Maschine;
- 15
- (c) Emulgieren der mindestens einen Voremulsion unter mechanischer Scherung und/oder Dehnung und/oder Turbulenz bei einer Temperatur die maximal 10 K über der Schmelztemperatur des mindestens einen Stoffs mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, beziehungsweise bei einer Temperatur die mindestens 10 K unter und maximal 10 K über der Glasübergangstemperatur oder der Schmelztemperatur liegt, sofern der Stoff mit einer Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur ein Polymer ist, zur Herstellung einer feinteiligen Emulsion;
- 20
- 25
- (d) Abkühlen der feinteiligen Emulsion zur Herstellung einer feinteiligen Suspension;
- wobei der Dispersphasenanteil mindestens in Schritt (c) im Bereich von 85 % bis 99,5 % liegt.
- 30
2. Verfahren gemäß Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die zuvor hergestellte, feinteilige Emulsion in Schritt (d) durch Zugabe einer weiteren, auf unterhalb der Schmelz- oder Glasübergangstemperatur des bei Raumtemperatur festen Stoffs temperierten, kontinuierlichen Phase verdünnt wird.
- 35
3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Abkühlen und Verdünnen in Verfahrensschritt (d) gleichzeitig erfolgt.

4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Stoff, dessen Schmelztemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt, ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Wachsen, Fetten, Polymeren und Oligomeren.  
5
5. Verfahren gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass als Polymer mindestens ein thermoplastisches Polymer eingesetzt wird.
6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das mindestens eine thermoplastische Polymer nicht auf Erdöl basiert.  
10
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die in Schritt (d) verwendeten kontinuierlichen Phasen unabhängig voneinander ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Wasser, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol, Propylenglykol, Polypropylenglycol, Polyetherole, Glycerin, organischen Carbonaten und Kohlensäureestern.  
15
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Hilfsstoffe und/oder weiteren Komponenten Stabilisierungsmittel aus der Gruppe der Emulgatoren und/oder Dispergierhilfsmittel und/oder Schutzkolloide und/oder Rheologieadditive eingesetzt werden.  
20
9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Rheologieadditive Verdicker sind.  
25
10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass während des Emulgierens in Schritt (b) die disperse Phase in feine Tröpfchen zerkleinert und homogen verteilt wird, wobei die feinen Tröpfchen eine mittlere Tropfengröße aufweisen, die im Bereich zwischen 0,05 und 100 µm liegt.  
30
11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 3 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das gleichzeitige Abkühlen und das Verdünnen in Schritt (d) auf eine Endkonzentration an Dispersphasenanteil von 1 bis 70 Gew.-% erfolgt.
- 35 12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Überleitung einer oder mehrerer grober Vordispersionen und/oder grober Voremulsionen direkt vor der Einleitung in die Rotor-Stator-Maschine in Schritt (a) über ein T-Stück oder einen Injektor erfolgt und die groben Vordispersionen und/oder groben Voremulsionen dabei optional unterschiedlich vortemperiert sind.  
40

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/EP2011/057086
---------------------------------------------------

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. B01F3/08                      B01F7/00 ADD.				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>				
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01F				
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched				
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data				
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X	DE 101 26 653 A1 (BASF COATINGS AG [DE]) 12 December 2002 (2002-12-12) paragraphs [0001], [0022] - [0025], [0039], [0043] - [0045] paragraphs [0049] - [0056], [0112] - [0118] abstract	1-12		
X	----- WO 2009/138379 A2 (BASF SE [DE]; FREIDANK DANIEL [DE]; EMGE ANDREAS [DE]; JUDAT SONJA [DE]) 19 November 2009 (2009-11-19) page 2, line 35 - page 4, line 34 page 7, line 1 - page 8, line 2 page 16, line 18 - page 17, line 3 page 18, line 5 - page 19, line 37 page 21, line 1 - page 22, line 19 abstract ----- -/--	1-12		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.				
* Special categories of cited documents : <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;">                     "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance                      "E" earlier document but published on or after the international filing date                      "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)                      "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means                      "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed                 </td> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;">                     "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention                      "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone                      "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.                      "&amp;" document member of the same patent family                 </td> </tr> </table>			"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report			
1 August 2011	10/08/2011			
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Brunold, Axel			



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2011/057086

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A,P	<p>WO 2010/054197 A2 (H R D CORP [US]; HASSAN ABBAS [US]; HASSAN AZIZ [US])            14 May 2010 (2010-05-14)            paragraphs [0002], [0011], [0019] - [0022], [0026] - [0029]            paragraphs [0044] - [0046]            abstract; figures 1-3</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-12
A	<p>WO 01/60506 A1 (BASF COATINGS AG [DE]; BENDIX MAXIMILIAN [DE]; STANG MICHAEL [DE]; WOL) 23 August 2001 (2001-08-23)            page 1, line 15            page 2, line 25 - page 3, line 11            page 5, line 5 - page 7, line 8            page 15, line 26 - page 17, line 13            abstract</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-12
A	<p>US 2007/030322 A1 (LEE FRANK P [CA] ET AL LEE FRANK PING-HAY [CA] ET AL)            8 February 2007 (2007-02-08)            abstract; figures 1-3</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-12
A	<p>DE 198 29 647 A1 (WELLA AG [DE])            13 January 2000 (2000-01-13)            column 3, lines 6-37            abstract</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-12
A	<p>US 2001/021372 A1 (OMTVEIT TORE [NO] ET AL) 13 September 2001 (2001-09-13)            abstract; figures 1-4</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-12

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2011/057086

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 10126653	A1	12-12-2002	AT 300583 T 15-08-2005
		CA 2443982 A1	12-12-2002
		WO 02098993 A1	12-12-2002
		EP 1397441 A1	17-03-2004
		ES 2246404 T3	16-02-2006
		JP 2004530025 A	30-09-2004
		US 2004110892 A1	10-06-2004
-----			
WO 2009138379	A2	19-11-2009	CN 102089389 A 08-06-2011
		EP 2276813 A2	26-01-2011
		KR 20110005903 A	19-01-2011
		US 2011065840 A1	17-03-2011
-----			
WO 2010054197	A2	14-05-2010	EP 2344273 A2 20-07-2011
		US 2010125157 A1	20-05-2010
-----			
WO 0160506	A1	23-08-2001	AT 273743 T 15-09-2004
		AU 4057201 A	27-08-2001
		BR 0108321 A	11-03-2003
		CA 2399949 A1	23-08-2001
		DE 10006673 C1	27-09-2001
		EP 1255607 A1	13-11-2002
		ES 2227148 T3	01-04-2005
		JP 2003522824 A	29-07-2003
		MX PA02006951 A	27-03-2003
		US 2003100667 A1	29-05-2003
-----			
US 2007030322	A1	08-02-2007	NONE
-----			
DE 19829647	A1	13-01-2000	AT 235954 T 15-04-2003
		AU 5030199 A	24-01-2000
		BR 9906829 A	15-08-2000
		WO 0001474 A1	13-01-2000
		EP 1011854 A1	28-06-2000
		JP 2002519187 A	02-07-2002
		US 2002110533 A1	15-08-2002
-----			
US 2001021372	A1	13-09-2001	US 2004151056 A1 05-08-2004
-----			

<p>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES                  INV. B01F3/08 B01F7/00                  ADD.</p>		
<p>Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC</p>		
<p>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</p>		
<p>Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)                  B01F</p>		
<p>Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen</p>		
<p>Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)                  EPO-Internal, WPI Data</p>		
<p>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</p>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 101 26 653 A1 (BASF COATINGS AG [DE]) 12. Dezember 2002 (2002-12-12) Absätze [0001], [0022] - [0025], [0039], [0043] - [0045] Absätze [0049] - [0056], [0112] - [0118] Zusammenfassung -----	1-12
X	WO 2009/138379 A2 (BASF SE [DE]; FREIDANK DANIEL [DE]; EMGE ANDREAS [DE]; JUDAT SONJA [DE]) 19. November 2009 (2009-11-19) Seite 2, Zeile 35 - Seite 4, Zeile 34 Seite 7, Zeile 1 - Seite 8, Zeile 2 Seite 16, Zeile 18 - Seite 17, Zeile 3 Seite 18, Zeile 5 - Seite 19, Zeile 37 Seite 21, Zeile 1 - Seite 22, Zeile 19 Zusammenfassung ----- -/--	1-12
<p><input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie</p>		
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche  1. August 2011		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts  10/08/2011
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter  Brunold, Axel

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A,P	<p>WO 2010/054197 A2 (H R D CORP [US]; HASSAN ABBAS [US]; HASSAN AZIZ [US])            14. Mai 2010 (2010-05-14)            Absätze [0002], [0011], [0019] - [0022], [0026] - [0029]            Absätze [0044] - [0046]            Zusammenfassung; Abbildungen 1-3            -----</p>	1-12
A	<p>WO 01/60506 A1 (BASF COATINGS AG [DE]; BENDIX MAXIMILIAN [DE]; STANG MICHAEL [DE]; WOL) 23. August 2001 (2001-08-23)            Seite 1, Zeile 15            Seite 2, Zeile 25 - Seite 3, Zeile 11            Seite 5, Zeile 5 - Seite 7, Zeile 8            Seite 15, Zeile 26 - Seite 17, Zeile 13            Zusammenfassung            -----</p>	1-12
A	<p>US 2007/030322 A1 (LEE FRANK P [CA] ET AL LEE FRANK PING-HAY [CA] ET AL)            8. Februar 2007 (2007-02-08)            Zusammenfassung; Abbildungen 1-3            -----</p>	1-12
A	<p>DE 198 29 647 A1 (WELLA AG [DE])            13. Januar 2000 (2000-01-13)            Spalte 3, Zeilen 6-37            Zusammenfassung            -----</p>	1-12
A	<p>US 2001/021372 A1 (OMTVEIT TORE [NO] ET AL) 13. September 2001 (2001-09-13)            Zusammenfassung; Abbildungen 1-4            -----</p>	1-12

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2011/057086

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 10126653	A1	12-12-2002	AT 300583 T 15-08-2005
		CA 2443982 A1	12-12-2002
		WO 02098993 A1	12-12-2002
		EP 1397441 A1	17-03-2004
		ES 2246404 T3	16-02-2006
		JP 2004530025 A	30-09-2004
		US 2004110892 A1	10-06-2004
-----			
WO 2009138379	A2	19-11-2009	CN 102089389 A 08-06-2011
		EP 2276813 A2	26-01-2011
		KR 20110005903 A	19-01-2011
		US 2011065840 A1	17-03-2011
-----			
WO 2010054197	A2	14-05-2010	EP 2344273 A2 20-07-2011
		US 2010125157 A1	20-05-2010
-----			
WO 0160506	A1	23-08-2001	AT 273743 T 15-09-2004
		AU 4057201 A	27-08-2001
		BR 0108321 A	11-03-2003
		CA 2399949 A1	23-08-2001
		DE 10006673 C1	27-09-2001
		EP 1255607 A1	13-11-2002
		ES 2227148 T3	01-04-2005
		JP 2003522824 A	29-07-2003
		MX PA02006951 A	27-03-2003
		US 2003100667 A1	29-05-2003
-----			
US 2007030322	A1	08-02-2007	KEINE
-----			
DE 19829647	A1	13-01-2000	AT 235954 T 15-04-2003
		AU 5030199 A	24-01-2000
		BR 9906829 A	15-08-2000
		WO 0001474 A1	13-01-2000
		EP 1011854 A1	28-06-2000
		JP 2002519187 A	02-07-2002
		US 2002110533 A1	15-08-2002
-----			
US 2001021372	A1	13-09-2001	US 2004151056 A1 05-08-2004
-----			