

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlekningsskrift nr. 118502

Int. Cl. C 09 c 1/64 Kl. 22f-13

Patentsøknad nr. 169.010 Inngitt 12.VII 1967

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 14.I 1969

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 5.I 1970

Prioritet begjært fra: -

CHEMOLIMPEX MAGYAR VEGYIÁRU KÜLKERESKEDELMI VÁLLALAT,
Deák Ferenc utca 7-9, Budapest V., Ungarn.

Oppfinnere: Miklós Hauska, Budafoki ut 81, Budapest XI,
Michály Schütz, Föld utca 42/b, Budapest III,
Ferenc Kontra Werkleiter, Szél utca 7, Budapest,
Ungarn.

Fullmektig: Siv.ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte ved fremstilling av vanndispergerbare
og lagringsbestandige aluminiumpigmentpastaer og
-pulvere med forbedret reaktivitet.

Foreliggende oppfinnelse angår fremstilling av vanndispergerbare og lagringsbestandige aluminiumpigmentpastaer og -pulvere med forbedret reaktivitet, som kan anvendes i kjemiske prosesser som hovedsakelig forløper i vandige medier og som er forbundet med hydrogenutvikling.

Ved fremstilling av gassbetong eller ved fremstilling av svampaktig murkalk eller plastskum etter lignende prinsipper, er det en hovedbetingelse at overflaten av aluminiumkornene fuktes godt og raskt. Også på alle andre områder, hvor reaksjonen mellom aluminium og sure eller alkaliske reagenser utføres, er dette en viktig betingelse. Samtidig må man ha for øyet muligheten av langvarig og oxydasjonsfri lagring av aluminiumpigmenter.

Tallrike fremgangsmåter er utviklet for å fremstille i vann emulgerbare aluminiumpigmentpastaer eller -pulvere som tilfredsstiller de ovennevnte fordringer. Etter en kjent fremgangsmåte blandes en emulgator med alkalisk eller nøytral reaksjon med en i nærvær av organiske oppløsningsmidler, f. eks. lakkbensin eller stearinsyre, malt pasta. Den alkalisk reagerende emulgator tjener på den ene side til å emulgere det organiske oppløsningsmiddel i vann under anvendelsen av produktet og på den annen side til å forsåpe fettsyren som omhyller kornene og til å fjerne denne syre fra metallens overflate. Fremgangsmåten er imidlertid beheftet med den ulempe at aluminiumpigmentpastaens lagringsbestanddighet påvirkes ugunstig, idet den med gassutvikling forbundne reaksjon lett finner sted under lagringen og derved ødelegger produktet. De nøytralt reagerende emulgatorer er på sin side bare istand til langsomt å fjerne fettsyreskiktet som omhyller kornene når aluminiumpigmentpastaen skal anvendes, hvorved igangsettingen av reaksjonen forsinkes.

En annen kjent fremgangsmåte kjennetegnes ved at aluminiumpigmentet fremstilles ved maling i vandig medium eller ved at en i et organisk medium malt aluminiumpigmentpasta dispergeres i vandig medium ved hjelp av egnede emulgatorer. Metallens overflate beskyttes under lagringen mot skadelig innvirkning av vann ved tilsetning av inhibitorer.

En ulempe ved denne metode består deri at de anvendte inhibitorer, f. eks. fosfater, borater, sukkerderivater, osv. nedsetter reaktiviteten av aluminiumkornene ikke bare under lagringen, men også ved den senere anvendelse av produktet. Derved forhindres rask igangsetning av reaksjonen mellom aluminiumet og reagensene i de ovenfor omtalte prosesser.

En tredje kjent fremgangsmåte går ut på å fremstille et tørt aluminiumpigmentpulver. For dette formål kan to alternative fremgangsmåter benyttes, idet aluminiumet enten males tørt i nærvær av fettsyre eller det males i et oppløsningsmiddel til en pasta som derefter tørres.

Den første alternative utførelsesform av denne tredje fremgangsmåte er imidlertid ilds- og eksplosjonsfarlig på grunn av aluminiumpigmentpulverets pyrofore egenskaper. Dessuten lar sluttproduktet seg dispergere i vakuum bare efter fjerning av fettsyren, og også dette prosesstrin kan føre til en pulvereksplisjon.

Ved den annen alternative utførelsesform av den tredje kjente fremgangsmåte er det nødvendig - før man kan anvende aluminiumpigmentpulveret fremstilt ved tørking av pastaen - å fjerne fettsyren, hvilket likeledes er en farlig operasjon.

Under lagringen oxyderes aluminiumpulveret langsomt - spesielt når det foreligger i fettsyrefri tilstand, hvorved dets innhold av aktivt metall stadig avtar.

Når det gjelder det viktigste anvendelsesområdet, nemlig fremstilling av gassbetong, lar på grunn av de ovennevnte ulemper aluminiumpigmentpastaene seg ikke fordele. Derfor anvendes tørrede aluminiumpigmenter for fremstilling av gassbetong. Fremstilling og anvendelse av tørrede aluminiumpigmenter er imidlertid beheftet med de ovennevnte ulemper.

Ved hjelp av oppfinnelsen tilveiebringes der nu en ny, forbedret fremgangsmåte ved fremstilling av vanddispergerbare og lagringsbestandige aluminiumpigmentpastaer eller -pulvere med forbedret reaktivitet, ved maling av det som utgangsmateriale anvendte aluminium i et organisk oppløsningsmiddel, hvilken fremgangsmåte utmerker seg ved at der som utgangsmaterialer anvendte aluminium males i nærvær av et med det nymalte aluminium reagerende anionaktivt sulfogruppeholdig fuktemiddel med sur reaksjon eller en blanding av slike fuktemidler, idet det anionaktive fuktemiddel anvendes i en mengde av høyst 3 vektprosent, beregnet på utgangsmaterialet, at overskuddet av fuktemiddel utvaskes med et organisk oppløsningsmiddel, og at den efter justering til den ønskede tørrstoffgehalt erholdte masse på i og for seg kjent måte opparbeides til en pasta ved hjelp av fra 1 til 6 vektprosent, beregnet på pastaen, av et ikke-ionedannende overflateaktivt middel med nøytral reaksjon eller til et pulver ved avdestillering av oppløsningsmidlet.

Som anionaktive fuktemidler inneholdende frie syregrupper anvendes fortrinsvis de følgende forbindelser eller blandinger derav: sulfonerte fettsyrer eller fettalkoholer, alkyl- eller arylsulfonater, med ester-, ether- eller amidradikaler koblete alkan(poly)-sulfonater, og med ethylenoxyd eller propylenoxyd kondenserte produkter av de ovennevnte materialer.

For fremstilling av en pasta behandles den med et anionaktivt, sulfogruppeholdig fuktemiddel av sur karakter behandlede og vaskede aluminiumpigmentmasse med en av de følgende, nøytrale, ikke-ione-

dannende emulgatorer eller en blanding av en eller flere av disse: polyethere av alkylfenoler og fettalkoholer, med ethylenglycol og propylenglycol forestrede fettsyrer, amider avledet av alkylolaminer, med ethylenoxyd eller propylenoxyd kondenserte produkter av de ovennevnte materialer. Som ikke-ionedannende emulgatorer kan vanligvis alle de anvendes som nedsetter vannets overflatespenning ved 20°C til en verdi av 29,4 kg/cm eller mindre.

Ved utviklingen av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen ble den erkjennelse lagt til grunn, at det sulfogruppeholdige anioniske fuktemiddel under malingen med det metalliske aluminium med forhøyet reaktivitet danner salter, og at disse aluminiumsalter oppviser fremragende fukteegenskaper. Dersom man utfører malingen av det som utgangsmateriale, anvendte aluminium i det vanlige organiske oppløsningsmiddelmedium i nærvær av et overskudd av anionaktive fuktemidler inneholdende sulfogrupper, dannes der på aluminiumkornenes overflate, under reaksjonen, et overflateaktivt skikt av en monomolekylær kjemisk forbindelse. Det dannede overflateskikt forhindrer oxydasjon av aluminiumoverflaten under lagringen og nedsetter samtidig dens aktivitet og forhöyer reaktiviteten av det fremstilte produkt. Således blir det mulig å anvende aluminiumpastaene, henholdsvis aluminiumpulverne på slike industrielle områder hvor man ikke kan anvende aluminiumpigmentpastaer eller -pulvere fremstilt ved hjelp av de kjente fremgangsmåter grunnet de forannevnte ulemper.

De nye aluminiumpigmentpastaer og -pulvere oppviser således mange fordeler sett fra et teknisk og industrielt synspunkt, sammenlignet med kjente aluminiumpigmentpastaer og -pulvere. Blant disse fordeler skal man særlig fremheve den fordel at man ved fremstillingen og anvendelsen av aluminiumpigmentpastaen eliminerer eksplosjonsfaren. I det tilfelle hvor man fremstiller tørt aluminiumpigmentpulver, unngås den ved den kjente fremgangsmåte nødvendige bortskaffelse av de ilds- og eksplosjonsfarlige fettsyrer, fordi den oppnådde større reaktivitet gjør denne bortskaffelse unødvendig. Kornene av aluminiumpastaen og/eller aluminiumpulveret som fremstilles ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, oxyderes ikke under lagringen, og således oppstår der intet tap av aktivt metall. De fremstilte pastaer har en egenvekt på 1,4 g/cm³, og transporten og behandlingen av dem er enklere enn for de kjente, tørrede pigmenter av lavere volumvekt (f. eks. 0,15 g/cm³).

Produktene som fåes ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen,

oppviser imidlertid også andre fordeler hva angår selve anvendelsen. Således lar de seg emulgere i vandig medium ved enkel omrøring for hånden. Den derved erholdte aluminiumdispersjon har vist seg å være stabil i en hvilken som helst fortynning, og rask fukting av metalloverflaten og rask oppstartning av den ønskede reaksjon sikres av det på overflaten av produktets metallkorn dannede overflateaktive skikt. Gassutviklingshastigheten ved anvendelsen av produktet kan varieres etter ønske ved avpasning av det vandige mediums pH-verdi og av temperaturen.

Ved fremstilling av de nye aluminiumpigmentpastaer og -pulvere anvendes der som organisk oppløsningsmiddel fortrinsvis lakkbensin. Eventuelt kan der imidlertid også anvendes andre organiske oppløsningsmidler, såsom f. eks. aromatiske forbindelser, estere, ethere, ketoner eller alkoholer. Det som utgangsmateriale anvendte aluminium kan males i en hvilken som helst kulemølle av vanlig utførelse. Den etter avsluttet maling erholdte aluminiummasse fortynnes etter behov med det ved malingen anvendte oppløsningsmiddel, og suspensjonen taes ut fra maleinnretningen, hvorefter innholdet av organisk oppløsningsmiddel eller tørrstoffgehalten - etter vasking med et organisk oppløsningsmiddel - innstilles ved hjelp av en filterpresse eller en sentrifuge. Det erholdte filtrat kan resirkuleres til prosessen. Ved fremstillingen av aluminiumpigmentpulveret blir den fra filterpressen eller fra sentrifugen uttatte kake ikke tilsatt noe overflateaktivt materiale. Derimot fjernes kakens innhold av oppløsningsmiddel i en vanlig vakuumdestillasjonsinnretning.

De følgende eksempler vil ytterligere illustrere oppfinnelsen.

Eksempel 1

En blanding av 100 kg grovmalt aluminiumfolie, 100 kg lakkbensin og 2 kg oxyethylert fettalkoholsulfonsyre males i 8 timer i en kulemølle, hvorefter der fortynnes med 200 kg lakkbensin og det hele presses til en tørrstoffgehalt på 80 %. Den erholdte presskake opparbeides derefter til det ferdige produkt.

a) Fremstilling av pasta:

100 kg presskake

19 kg lakkbensin

4 kg iso-tridecanol-polyglycolether.

Komponentene blandes sammen i 30 minutter i den vanlige blandeinnretning. Det erholdes en for den endelige anvendelse egnet, lagringsbestandig pasta.

118502

6

b) Fremstilling av pulver:

Fra den erholdte presskake med tørrstoffgehalt på 80 % fjernes oppløsningsmidlet i vakuum i en brett-tørker. Efter avkjøling av pulveret siktes pulveret gjennom en sikt med åpninger på 250 μ .

Eksempel 2

En blanding av 100 kg pulverisert aluminiumpulver, 100 g xylen og 2 kg dodecylbenzensulfonsyre opparbeides som beskrevet i eksempel 1. Pastaen fremstilles ut fra de følgende komponenter: 100 kg presskake, 17 kg xylen, og 6 kg anionisk polyglycolester. Fra presskaken kan man fremstille et pulverprodukt ved å følge den i eksempel 1 beskrevne fremgangsmåte.

Eksempel 3

Fra en blanding av 100 g grovmalt aluminiumfolie, 100 g lakkbensin og 2 kg alkylarylsulfonat fremstilles en presskake som beskrevet i eksempel 1. Pastaen fremstilles ut fra de følgende komponenter, likeledes som beskrevet i eksempel 1: 100 kg presskake, 10 kg lakkbensin og 4 kg alkylfenolpolyglycolether. Presskaken kan derefter opparbeides til et pulver på den i eksempel 1 beskrevne måte.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte ved fremstilling av vanddispergerbare og lagringsbestandige aluminiumpigmentpastaer eller -pulvere med forbedret reaktivitet, ved maling av det som utgangsmateriale anvendte aluminium i et organisk oppløsningsmedium, k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumet males i nærvær av et med det nymalte aluminium reagerende anionaktivt, sulfogruppeholdig fuktemiddel med sur reaksjon eller en blanding av slike fuktemidler, idet fuktemidlet anvendes i en mengde av høyst 3 vektprosent, beregnet på aluminiumet, at overskuddet av fuktemiddel utvaskes med et organisk oppløsningsmiddel, og at den efter justering til den ønskede tørrstoffgehalt erholdte masse på i og for seg kjent måte opparbeides til en pasta ved hjelp av fra 1 til 6 vektprosent, beregnet på massen, av et ikke-ionedannende overflateaktivt middel med nøytral reaksjon eller til et pulver ved avdestillering av oppløsningsmidlet.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t

v e d at der som fuktemiddel anvendes ett eller flere av de følgende materialer: sulfonerte fettsyrer eller fettalkoholer, alkyl- eller arylsulfonater, med ester-, ether- eller amidradikaler koblede alkan(poly)sulfonater, og med ethylenoxyd eller propylenoxyd kondenserte produkter av de ovennevnte materialer.

Anførte publikasjoner:

Britisk patent nr. 894.016
Tysk utl. skrift nr. 1.168.588
U.S. patent nr. 2.809.122, 3.019.123