



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: C 09 C 3/00
C 08 J 3/20
B 01 F 17/00
C 09 B 67/46



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

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑪

630 949

②① Gesuchsnummer:	14585/77	⑦③ Inhaber:	Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt a.M. 80 (DE)
②② Anmeldungsdatum:	29.11.1977		
③③ Priorität(en):	02.12.1976 DE 2654598	⑦② Erfinder:	Dr. Erwin Dietz, Kelkheim (DE) Dr. Michael Maikowski, Frankfurt a.M. (DE) Robert Gutbrod, Frankfurt a.M. (DE)
②④ Patent erteilt:	15.07.1982		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	15.07.1982	⑦④ Vertreter:	Brühwiler & Co., Zürich

⑤④ In hydrophoben und hydrophilen Medien leicht verteilbare, flockungsstabile Feststoffdispersionen und ihre Verwendung.

⑤⑦ Die flockungsstabilen Feststoffdispersionen werden hergestellt aus

- Feststoffen mit oberflächenständigen sauren Gruppen;
- Aminen mit mindestens einer aliphatischen Kohlenstoffkette mit mehr als 5 C-Atomen;
- nichtionischen und/oder anionischen Tensiden mit aliphatischen Kohlenstoffketten mit mehr als 5 C-Atomen;
- mit Wasser mischbarem organischem Lösemittel.

Zusätzlich können die Dispersionen Wasser und Konservierungsmittel enthalten. Feststoffe, die, evtl. nach geeigneter Behandlung, saure Gruppen tragen, sind beispielsweise Metalloxide, Rüsse oder organische Pigmente.

Die erfindungsgemässen Feststoffdispersionen zeichnen sich auch bei hohem Feststoffgehalt durch sehr gute rheologische Eigenschaften und hohe Lagerstabilität aus. Sie lassen sich äusserst leicht in den verschiedensten hydrophilen und hydrophoben Medien verteilen, ohne dass dabei Flockungserscheinungen auftreten.

PATENTANSPRÜCHE

1. Feststoffdispersionen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

- a) Feststoffen mit oberflächenständigen, sauren Gruppen,
- b) Aminen mit mindestens einer aliphatischen Kohlenstoffkette mit mehr als 5 C-Atomen,
- c) nichtionischen und/oder anionischen Tensiden mit aliphatischen Kohlenstoffketten mit mehr als 5 C-Atomen und
- d) mit Wasser mischbaren organischen Lösemitteln.

2. Dispersionen nach Anspruch 1, die zusätzlich Wasser enthalten.

3. Dispersionen nach Anspruch 1 und 2, die zusätzlich Konservierungsmittel enthalten.

4. Dispersionen nach Anspruch 1 bis 3, die als Feststoffe Metalloxide, Russe oder organische Pigmente enthalten.

5. Dispersionen nach Anspruch 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, dass die sauren Gruppen -OH-, -COOH- oder -SO₃H-Gruppen sind.

6. Dispersionen nach Anspruch 1 bis 5, die als Amine Fettamine mit Alkyl- oder Alkenylresten aus 10–25 C-Atomen enthalten.

7. Dispersionen nach Anspruch 1 bis 6, die als nichtionische Tenside Addukte von 5–20 Mol Äthylenoxid an Alkylphenole und/oder Fettalkohole enthalten.

8. Dispersionen nach Anspruch 1 bis 6, die als anionische Tenside Alkylsulfate, Alkylsulfonate und/oder Alkylbenzolsulfonate enthalten.

9. Dispersionen nach Anspruch 1 bis 8, die als Lösemittel das Eintrocknen verhindernde Flüssigkeiten enthalten.

10. Dispersionen nach Anspruch 1, die als Lösemittel Glykole oder Säureamide enthalten.

11. Verfahren zur Herstellung von in hydrophilen und hydrophoben Medien leicht verteilbaren Feststoffzubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man Feststoffe mit oberflächenständigen, sauren Gruppen in Gegenwart von Aminen mit mindestens einer aliphatischen Kohlenstoffkette mit mehr als 5 Kohlenstoffatomen, nichtionischen und/oder anionischen Tensiden mit aliphatischen Kohlenstoffketten mit mehr als 5 Kohlenstoffatomen und mit Wasser mischbaren organischen Lösemitteln solange einem mechanischen Feinverteilungsprozess unterwirft, bis die Pigmentteilchen von den zugesetzten Stoffen umhüllt sind und so eine stabile Dispersion erhalten wird.

12. Verwendung der Dispersion nach Anspruch 1 bis 10 zum Pigmentieren und/oder Füllen von hydrophoben und hydrophilen Systemen.

Die vorliegende Erfindung betrifft flockungsstabile Dispersionen von Feststoffen, die oberflächenständige, sauer reagierende Gruppen besitzen, sowie ihre Verwendung zum Pigmentieren und/oder Füllen von hydrophoben und/oder hydrophilen Systemen. Dispersionen von Feststoffen, die diese Oberflächeneigenschaft besitzen, neigen besonders leicht zum Ausflocken. Dieses Ausflocken kann bereits während des Dispergierprozesses oder während der Lagerung stattfinden. Häufig wird es jedoch beim Einrühren einer derartigen Feststoffdispersion in systemfremde Medien beobachtet. Die Folgen dieser Flockungserscheinungen sind Dispersionen mit hoher Viskosität und unbrauchbaren anwendungstechnischen Eigenschaften.

Es wurde gefunden, dass aus Feststoffen, die oberflächenständige, sauer reagierende Gruppen besitzen. Dispersionen hergestellt werden können, die eine hohe Flockungsstabilität sowohl beim Einarbeiten in hydrophile als auch in hydrophobe Medien aufweisen. Diese erfindungsgemässen Dispersionen sind gekennzeichnet durch einen Gehalt an

- a) Feststoffen mit oberflächenständigen, sauren Gruppen,

b) Aminen mit mindestens einer aliphatischen Kohlenstoffkette mit mehr als 5 C-Atomen,

c) nichtionischen und/oder anionischen Tensiden mit aliphatischen Kohlenstoffketten mit mehr als 5 C-Atomen und

- d) mit Wasser mischbare organische Lösemitteln.

Die erfindungsgemässen Dispersionen enthalten vorzugsweise etwa 5 bis 80 Gew.-% Feststoff, 0,2–8, insbesondere 0,5–5 Gew.-% Amin, 3–25 Gew.-% Tensid sowie 10–85 Gew.-% mit Wasser mischbare organische Lösemittel und gegebenenfalls Wasser. Ausserdem können bevorzugte Dispersionen 0,05–1 Gew.-% Konservierungsmittel enthalten.

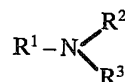
Unter dem Begriff «Kohlenstoffkette» soll eine ununterbrochene Anordnung von Kohlenstoffatomen mit Einfach- und Doppelbindungen verstanden werden, die auch cyclisch sein kann und Substituenten, wie Hydroxy, enthalten kann.

Für die neuen Dispersionen können alle anorganischen und organischen Feststoffe eingesetzt werden, die im genannten Lösemittelsystem im wesentlichen unlöslich sind, die sich in feine Verteilung bringen lassen und oberflächenständige, sauer reagierende Gruppen besitzen. Oberflächenständige, saure Gruppen werden im allgemeinen dann angetroffen, wenn die Feststoffe in wässriger Suspension (entsprechend DIN 53200) einen pH-Wert kleiner als 7 aufweisen. Unter den anorganischen Feststoffen tritt diese Reaktion bei Oxiden der Metalle der 3.

bis 6. Haupt- und der 4. bis 8. Nebengruppe auf. Sie wird im allgemeinen von oberflächenständigen Hydroxy-Gruppen hervorgerufen. Geeignete anorganische Verbindungen zur Herstellung der erfindungsgemässen Dispersionen sind beispielsweise Siliciumdioxid, Aluminiumoxid, Antimonoxid, Weiss- und Buntpigmente wie Titandioxid, Eisenoxid, Chromoxid sowie Mischoxide, die derartige Metalloxide enthalten und Feststoffe, die mit derartigen Oxidschichten überzogen sind.

Ausserdem eignen sich zur Herstellung der erfindungsgemässen Dispersionen beispielsweise Russe und feinteilige organische Polymer- und Pigmentteilchen, die, bedingt durch das Herstellungsverfahren, durch oxidative Nachbehandlung oder durch eine Oberflächenreaktion, saure Gruppen, wie z.B. Carboxy-, Lacton-, Hydroxy- oder Sulfogruppen tragen. Besonders zu erwähnen sind Russe, auf deren Oberfläche durch Oxidationsreaktionen leicht saure Gruppen erzeugt werden können.

Bevorzugte Amine entsprechen der allgemeinen Formel



in der R¹ ein aliphatischer, araliphatischer oder cycloaliphatischer Rest mit einer Kohlenstoffkette von mindestens 5, vorzugsweise 10–25 C-Atomen ist und dessen Kohlenstoffkette eine oder mehrere Doppelbindungen sowie auch Hydroxygruppen enthalten kann und in welcher

R² und R³ Wasserstoffatome, aliphatische, araliphatische oder cycloaliphatische Reste mit einer Kohlenstoffkette mit 1–30 C-Atomen, -(CH₂)_nOH- oder -(CH₂)_nNH₂-Gruppen sind, wobei n Werte von 1–6 annehmen kann.

Zu nennen sind beispielsweise Hexylamin, Cyclohexylamin, Octylamin, Decylamin, Dodecylamin, Tetradecylamin, Hexadecylamin, Octadecylamin, Octadecenylamin, Eicosylamin, Docosylamin, Dodecylanilin sowie die davon abgeleiteten Derivate, die anstelle der oder eines der Aminowasserstoffatome Alkyl-, Benzyl-, Hydroxyäthyl- oder Aminopropylgruppen besitzen. Besonders geeignet sind Fettamine und ihre Derivate wie z.B. Kokosfettamin, Laurylamin, Cetylamin, Stearylamin, Talgfettamin, Oleylamin, Stearyl-methylamin, Distearylamin, Ditalgfettamin, Dimethylsojaölämin, Dimethyl-laurylamin, Laurylpropylendiamin, Talgfettpropylendiamin, Dihydroxyäthyl-oleylamin und Dihydroxyäthylkokosfettamin. Es werden bevorzugt freie

Amine eingesetzt; die Anwesenheit von Säuren oder weiteren Basen ist zulässig, aber im allgemeinen nicht vorteilhaft.

Für die erfindungsgemässen Feststoffdispersionen eignen sich anionische und nichtionische Tenside, die u.a. einen mittel- oder langkettigen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest besitzen. Von den nichtionischen Tensiden haben sich beispielsweise Alkoxylierungsprodukte von Alkylphenolen, Fettalkoholen, Fettaminen und Fettsäuren bewährt, insbesondere Umsetzungsprodukte aus Nonylphenol, Tributylphenol, Cocosfettalkohol, Laurylalkohol, Stearylalkohol und Oleyalkohol mit 2 bis 30 Mol, vorzugsweise 5 bis 20 Mol Äthylenoxid. Von den anionischen Tensiden sind Alkylsulfate, Alkylsulfonate, Alkylbenzolsulfonate und Kondensationsprodukte aus Fettsäuren und Taurin oder Hydroxyäthanol sulfonsäure sowie Umsetzungsprodukte aus äthoxylierten Alkylphenolen und Fettalkoholen mit Chlorsulfonsäure zu nennen, insbesondere Laurylsulfate und Dodecylbenzolsulfonate. Die anionischen und nichtionischen Tenside können allein oder als Mischung eingesetzt werden.

Feststoffdispersionen mit besonders guten Eigenschaften werden erhalten, wenn für die Herstellung Amine und anionische oder nichtionische Tenside mit dem gleichen oder einem ähnlichen aliphatischen Rest eingesetzt werden.

Als Lösungsmittel eignen sich organische Verbindungen, die mit Wasser vollständig oder begrenzt mischbar sind. Bevorzugt werden Lösemittel, die das Eintrocknen der Feststoffdispersionen verhindern bzw. verzögern wie beispielsweise Glykole und Säureamide, insbesondere Äthylenglykol, Propylenglykol, Hexylenglykol, Dipropylenglykol, Poläthylenglykole, Polypropylenglykole, Formamid und N-Methylpyrrolidon eingesetzt. Zur Herstellung der erfindungsgemässen Dispersionen können sie allein oder in Mischung untereinander oder mit Wasser eingesetzt werden.

Die Herstellung der Dispersionen erfolgt in an sich bekannter Weise je nach Kornhärte der eingesetzten Feststoffe beispielsweise mit Sägezahnrührern (Dissolvern), Rotor-Stator-Mühlen, Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen, in Turbulent-Schnellmischern, Knetapparaturen oder auf Walzenstühlen. Den Dispersionen können während der Dispergierung oder danach Hilfsmittel, wie beispielsweise Konsevierungsmittel, zugegeben werden.

Die erfindungsgemässen Feststoffdispersionen zeichnen sich selbst bei hohem Feststoffgehalt durch sehr gute rheologische Eigenschaften und hohe Lagerstabilität aus. Sie lassen sich äusserst leicht in den verschiedensten hydrophilen und hydrophoben Medien verteilen, ohne dass dabei Flockungserscheinungen auftreten. Werden als Feststoffe Pigmente eingesetzt, so werden durch die beanspruchten Zusammensetzungen Pigmentabtpasten mit hoher Färbekraft und Brillanz erhalten.

Zum Nachweis der breiten Anwendungsmöglichkeiten und der hohen Flockungsstabilitäten werden aus den zahlreichen hydrophilen und hydrophoben Medien jeweils drei Medien zu Prüfzwecken ausgewählt. Diese Auswahl dient lediglich der Veranschaulichung und bedeutet keinerlei Einschränkung für die universellen Einsatzmöglichkeiten der erfindungsgemässen Feststoffdispersionen.

Prüfmedien:

A) *Binderfarbe auf Basis Polyvinylacetat*, enthaltend 20 Teile stabilisiertes Rutilpigment, 24 Teile Verschnittpigmente (vorwiegend Dolomit), 40 Teile handelsübliche, für Binderfarben geeignete Polyvinylacetatdispersion (^(R)Mowilith DM2HB) und 0,16 Teile einer Methylhydroxyäthylcellulose, die in 2%iger wässriger Lösung bei 20 °C eine mittlere Viskosität von 2 Pas aufweist. Die restlichen 15,84 Teile entfallen auf Wasser und die üblichen Stabilisierungsmittel.

B) *Binderfarbe auf Acrylharzbasis*, enthaltend 20 Teile stabilisiertes Rutilpigment, 24 Teile Verschnittpigmente (vorwiegend Dolomit), 40 Teile handelsübliche, für Binderfarben geeignete Acrylharzdispersion (^(R)Rhoplex AC34), sowie 0,33

Teile einer Methylhydroxyäthylcellulose, die in 2%iger wässriger Lösung bei 20 °C eine mittlere Viskosität von 4 Pas aufweist. Die restlichen 15,67 Teile entfallen auf Wasser und die üblichen Stabilisierungsmittel.

C) *Fassadenfarbe auf Polyvinyltoluolacrylatbasis*, enthaltend 15 Teile stabilisiertes Rutilpigment, 34 Teile Verschnittpigmente (vorwiegend Dolomit), 7 Teile eines handelsüblichen, für Fassadenfarben geeigneten Vinyltoluolacrylatcopolymeren (^(R)Pliolite VTAC-L), 14 Teile einer 10%igen Lösung eines handelsüblichen, für Fassadenfarben geeigneten modifizierten Vinyltoluolacrylatcopolymeren (Pliolite AC-3) in einem Gemisch aus aromatischen und aliphatischen Kohlenwasserstoffen, sowie 30 Teile einer Mischung aus Stabilisierungsmittel, Chlorparaffin und Testbenzin.

D) *Lufttrocknender Alkydharzlack*, enthalten 30 Teile stabilisiertes Rutilpigment, 37,5 Teile von langöligen Alkydharzen auf Basis pflanzlicher Fettsäuren, 32,5 Teile einer Mischung aus Trockenstoffen, Stabilisierungsmittel, Testbenzin und Kristallöl.

E) *Schwarze Binderfarbe auf Basis Polyvinylacetat*, enthaltend 0,7 Teile Furnace-Russ, 1 Teil stabilisiertes Rutilpigment, 43,3 Teile Verschnittpigmente (vorwiegend Dolomit), 40 Teile handelsübliche, für Binderfarben geeignete Polyvinylacetatdispersionen (Mowilith DM2HB) und 0,2 Teile einer Methylhydroxyäthylcellulose, die in 2%iger wässriger Lösung bei 20 °C eine mittlere Viskosität von 4 Pas aufweist. Die restlichen 14,8 Teile entfallen auf Wasser und die üblichen Stabilisierungsmittel.

F) *Schwarzer, lufttrocknender Alkydharzlack*, enthaltend 5 Teile Flammruss, 40 Teile eines kurzöligen Alkydharzes auf Basis pflanzlicher Fettsäuren, 55 Teile einer Mischung aus Trockenstoffen, Stabilisierungsmittel, Xylol, Testbenzin und Butylglykol.

Zur Eignungsprüfung werden die in den nachfolgenden Beispielen beschriebene Feststoffdispersionen von Hand mit einem Glasstab, der mit einer Gummikappe versehen ist, in jeweils ein hydrophiles und ein hydrophobes Prüfmedium eingerührt. Die Konzentration der Feststoffdispersion wird, wenn es sich bei den Feststoffen um Buntpigmente handelt, so gewählt, dass im angefärbten Prüfmedium ein Weisspigment-Buntpigmentverhältnis von 10:1 bei anorganischen Buntpigmenten und von 50:1 bei Russen erhalten wird. Handelt es sich bei den Feststoffen um Weisspigmente, so werden 10 Teile der Feststoffdispersion in 100 Teile der schwarzgefärbten Prüfmedien eingerührt. Nach einer Einrührzeit von 3 Minuten wird das Prüfmedium mit einem Filmziehgerät auf weissen Kunstdruckkarton aufgezogen.

Zur Prüfung der Flockungsstabilität wird ein Teil des Films nach kurzem Antrocknen mit einem Pinsel oder mit dem Finger nachgerieben. Fand beim Einrühren der Feststoffdispersion in das Prüfmedium ein Flockungsprozess statt, so wird das ausgeflockte Pigment durch die auf den Film ausgeübten Scherkräfte zumindest zum Teil entagglomeriert. Die nachgeriebene Fläche ist dann kräftiger gefärbt als die nicht nachbehandelte Fläche. Dieser «Rub-out-Test» eignet sich besonders als einfache Prüfmethode für Abtpasten.

In den folgenden Beispielen bedeuten Teile Gewichtsteile.

Die Bestimmung des pH-Wertes der wässrigen Feststoff-Suspensionen wurde entsprechend DIN53200 durchgeführt, jedoch wurden bei den folgenden Bestimmungen Polyäthylengefässe verwendet. Die Schütteldauer wurde auf 15 Stunden erhöht.

Die Bestimmung wurde somit wie folgt durchgeführt.

1,0 g der Pigmentprobe wird in ein verschliessbares 50 ml-Messgefäss aus Polyäthylengewogen (wobei schlecht benetzbare Pigmente mit einer zum Benetzen ausreichenden Menge Äthanol im Messgefäss angeteigt werden) und mit 20 ml frisch destilliertem oder voll entsalztem Wasser von Raumtemperatur versetzt, das zuvor durch kurzes Aufkochen kohlendioxidfrei gemacht wurde. Das Messgefäss wird sofort verschlossen, 15

Stunden lang kräftig geschüttelt und 5 Minuten lang stehen gelassen. Dann wird das Messgefäß geöffnet, der pH-Geber (Glaselektroden-Einstab-Messzelle oder Glaselektrode mit Bezugselektrode) eine Minute lang eingetaucht und der pH-Wert am pH-Messgerät abgelesen. Es werden mindestens zwei solche Bestimmungen durchgeführt.

Beispiel 1a

- 650 Teile eines Titandioxid-Pigmentes, das mit Aluminium- und Siliciumverbindungen nachbehandelt wurde und in wässriger Suspension einen pH-Wert von 6 ergibt, werden mit einem Flügelrührer portionsweise in ein Gemisch aus
- 20 Teilen Oleylamin,
- 80 Teilen eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol und
- 250 Teilen Diäthylenglykol eingerührt.

Diese Mischung wird so oft durch eine Rotor-Stator-Mühle gegeben, bis eine Kornfeinheit $< 2 \mu$ erhalten wird.

Es wird eine ausgezeichnet fließfähige Pigmentdispersion erhalten, die sich sehr leicht und stippenfrei in den Prüfmedien E und F verteilen lässt, ohne dass dabei die geringsten Flockungserscheinungen auftreten.

Vergleichsversuch 1b

Werden in Beispiel 1a die 20 Teile Oleylamin durch 20 Teile eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol ersetzt, so erhält man eine hochviskose, thixotrope Dispersion, die sich in Prüfmedium F nur sehr schwer verteilen lässt. Der Rub-out-Test lässt deutlich Flockungserscheinungen erkennen.

Beispiel 2a

- 500 Teile Eisenoxidschwarz, welches in wässriger Suspension einen pH-Wert von 5 ergibt, werden portionsweise in ein Gemisch aus
- 20 Teilen Octadecylamin,
- 90 Teilen eines Adduktes von 15 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Stearylalkohol,
- 90 Teilen eines Adduktes von 5 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol,
- 150 Teilen Propylenglykol und
- 150 Teilen Diäthylenglykol eingetragen und mit einem Sägezahnprüfgerät bis zu einer Kornfeinheit $< 2 \mu$ gerührt.

Die so erhaltene, sehr gut fließfähige Dispersion lässt sich in den Prüfmedien A und D besonders leicht verteilen und führt in Medium A zu ausgezeichneten, in Medium D zu guten Rub-out-Testen.

Vergleichsversuch 2b

Ersetzt man in Beispiel 2a die 20 Teile Octadecylamin durch Teile eines Adduktes von 15 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Stearylalkohol und 10 Teile eines Adduktes von 5 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol, so erhält man eine schlecht fließende, thixotrope Dispersion, die sich in Prüfmedium A gut, jedoch in Medium D infolge starker Flockungserscheinungen nur sehr schlecht verteilen lässt.

Beispiel 3a

Entsprechend Beispiel 2a wird eine Dispersion aus

- 500 Teilen Eisenoxidbraun, welches in wässriger Suspension einen pH-Wert von 4 aufweist,
- 15 Teilen Kokosfettamin,
- 185 Teilen eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Kokosfettalkohol,
- 149 Teilen Dipropylenglykol,
- 149 Teilen Äthylenglykol und
- 2 Teilen Fungizid hergestellt.

Auf diese Weise wird eine Dispersion mit guten rheologischen Eigenschaften erhalten, die sich in den Prüfmedien B und C besonders leicht und stippenfrei verteilen lässt, ohne dass dabei die geringsten Flockungserscheinungen auftreten.

Vergleichsversuch 3b

- Werden in Beispiel 3a die 15 Teile Kokosfettamin durch 7 Teile Dipropylenglykol und 8 Teile Äthylenglykol ersetzt, so wird eine Dispersion erhalten, die im Gegensatz zu Beispiel 3a beim Einrühren in Prüfmedium C ausflockt.

Beispiel 4a

Wie im Beispiel 2a wird eine Dispersion aus folgenden Komponenten hergestellt:

- 300 Teilen Eisenoxidgelb, welches in wässriger Suspension einen pH-Wert von 5 aufweist,
- 20 Teilen Kokosfettamin,
- 180 Teilen eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Kokosfettalkohol,
- 250 Teilen Formamid und
- 250 Teilen N-Methylpyrrolidon.

Diese Dispersion besitzt gute rheologische Eigenschaften, eine leichte Verteilbarkeit und eine hohe Flockungsstabilität in Prüfmedium B und C.

Beispiel 4b

Eine Dispersion mit vergleichbar guten Eigenschaften wie in Beispiel 4a wird durch den Ersatz von Kokosfettamin durch Talgfettamin sowie von Formamid und N-Methylpyrrolidon durch 350 Teile Hexylenglykol und 150 Teile Wasser erhalten.

Beispiel 4c

Eine Dispersion mit besonders hoher Sedimentationsstabilität wird erhalten, wenn man in Beispiel 4a anstelle von Kokosfettamin Talgfettpropyldiamin verwendet und das Gemisch aus Formamid und N-Methylpyrrolidon durch 200 Teile Polypropylenglykol (Molekulargewicht 750), 200 Teile Polyäthylenglykol (Molekulargewicht 200) und 100 Teile Wasser ersetzt.

Vergleichsversuch 4d

Durch den Ersatz von Kokosfettamin in Beispiel 4a durch 20 Teile eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Kokosfettalkohol wird eine Dispersion mit mangelhafter Verteilbarkeit und geringer Flockungsstabilität in Prüfmedium C erhalten.

Beispiel 5a

- 300 Teile eines Flammrusses, der eine spez. Oberfläche nach BET von $47 \text{ m}^2/\text{g}$ und in wässriger Suspension einen pH-Wert von 4 besitzt, werden unter Zusatz von
- 20 Teilen Stearylamin,
- 104 Teilen Natriumdodecylbenzolsulfonat,
- 225 Teilen Äthylenglykol und
- 56 Teilen Wasser 1 Stunde in einem Doppelmuldenknetter geknetet. Das Knetgut wird durch Zusatz von
- 145 Teilen Äthylenglykol,
- 148 Teilen Wasser und
- 2 Teilen Fungizid verdünnt.

Die auf diese Weise hergestellte, sehr gut fließfähige Dispersion lässt sich aussergewöhnlich leicht in Prüfmedium A und C verteilen, ohne dass dabei die geringsten Flockungserscheinungen auftreten.

Vergleichsversuch 5b

Ersetzt man in Beispiel 5a das Stearylamin durch Äthylenglykol, so erhält man eine Dispersion mit deutlich schlechterer Verteilbarkeit in beiden Prüfmedien. Die Rub-out-Teste lassen

in Prüfmedium A leichte und in Prüfmedium C starke Flockungserscheinungen erkennen.

Beispiel 6a

In einem Doppelmuldenknetzer werden

- 220 Teile eines Gasrusses mit einer spez. Oberfläche nach BET von 87 m²/g und einem pH-Wert in wässriger Suspension von 4,5 mit
- 10 Teilen Oleylamin,
- 160 Teilen eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und
- 137 Teilen Äthylenglykol angeteigt, 1 Stunde geknetet und anschliessend mit
- 273 Teilen Äthylenglykol,
- 198 Teilen Wasser sowie
- 2 Teilen Fungizid zu einer sehr gut fließfähigen Dispersion verdünnt.

Diese Dispersion lässt sich leicht in Prüfmedium D und sehr leicht in Prüfmedium A einarbeiten. Die Rub-out-Teste zeigen eine gute Flockungsstabilität in Medium D und eine ausgezeichnete Flockungsstabilität in Medium A.

Vergleichsversuch 6b

Werden in Beispiel 6a die 10 Teile Oleylamin durch 10 Teile Äthylenglykol ersetzt, so wird eine thixotrope Dispersion erhalten, die in den Prüfmedien A und D schlechte Verteilbarkeiten und geringe Flockungsstabilitäten besitzt.

Beispiel 7a

- 400 Teile eines oxidativ nachbehandelten Furnace-Russes, der eine spez. Oberfläche nach BET von 37 m²/g und in wässriger Suspension einen pH-Wert von 3 besitzt, werden portionsweise in eine Lösung von
- 15 Teilen Talgfettpropylendiamin,
- 50 Teilen eines Adduktes von 6 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Tributylphenol,
- 50 Teilen eines Adduktes von 18 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Tributylphenol und

- 2 Teilen Fungizid in
- 250 Teilen Äthylenglykol und
- 233 Teilen Wasser eingerührt. Diese Mischung wird solange in einer Rührwerkskugelmühle mit 1 mm-Silicazitkugeln gemahlen, bis eine Kornfeinheit < 2 µ erreicht wird.

Die so erhaltene Dispersion zeichnet sich durch sehr gute rheologische Eigenschaften, besonders leichte Verteilbarkeiten in den Prüfmedien B und C und gute Flockungsstabilität in Medium C, sowie hervorragende Flockungsstabilität in Medium B aus.

Vergleichsversuch 7b

- 15 Durch Ersatz von Talgfettpropylendiamin in Beispiel 7a durch 15 Teile Wasser wird eine Paste erhalten, die sich nur sehr schwer in die Prüfmedien B und C einarbeiten lässt. Die Rub-out-Teste lassen starke Flockungserscheinungen erkennen.

Beispiel 8

- 20 In einem Doppelmuldenknetzer werden mit einem oxidativ nachbehandelten Gasruss, der eine spez. Oberfläche nach BET von 470 m²/g und in wässriger Suspension einen pH-Wert von 2,5 besitzt, die in der folgenden Tabelle beschriebenen Dispersionen hergestellt. Alle Dispersionen enthalten neben den in der Tabelle aufgeführten Stoffen

- 120 Teile Russ,
- 160 Teile eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Oleylalkohol,
- 30 298 Teile Wasser und
- 2 Teile Fungizid.

35 Den rheologischen Eigenschaften der Russdispersionen, der Verteilbarkeit und der Flockungsbeständigkeit der Russdispersionen in den Prüfmedien B und C werden Wertnoten von 1 bis 6 zugeordnet:

1 = ausgezeichnet, 2 = sehr gut, 3 = gut, 4 = mässig, 5 = schlecht, 6 = sehr schlecht.

Beispiel Nr.	Amin-gehalt Teile	Amin	sonstige Zusätze Teile	Äthylen-glykol-gehalt Teile	rheologische Eigenschaften	Verteilbarkeit in Medium B	Verteilbarkeit in Medium C	Flockungsbeständigkeit in Medium B	Flockungsbeständigkeit in Medium C
8a	—	—	—	420	1	6	6	6	6
8b	—	—	40 NaOH 30%ig	380	6	5	5	5	5
8c	15	Cyclohexylamin	—	405	5	4	4	4	4
8d	20	Octylamin	—	400	2	4	4	4	4
8e	40	Distearylamin	—	380	5	2	3	2	3
8f	40	Stearyl-methylamin	—	380	2	1	2	2	2
8g	40	Dimethylsojaölamin	—	380	3	1	2	2	2
8h	50	Dihydroxyäthyl-oleylamin	—	370	3	1	2	2	2
8i	40	Oleylamin	—	380	1	1	1	1	2
8k	40	Oleylamin	20 NaOH 30%ig	360	2	1	1	1	2
8l	40	Oleylamin	10 Essig-säure	370	2	1	2	2	2

Beispiel 9a

- 200 Teile eines durch Flammenhydrolyse gewonnenen Siliciumdioxids mit einer Oberfläche nach BET von 145 m²/g und einem pH-Wert in wässriger Suspension von 4 werden in einem Doppelmuldenknetter portionsweise in eine Mischung aus
- 40 Teilen Oleylamin,
- 160 Teilen eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Nonylphenol und
- 133 Teilen Äthylenglykol eingetragen. Nach einer Knetdauer von 1 Stunde wird das Knetgut mit
- 167 Teilen Äthylenglykol
- 298 Teilen Wasser und
- 2 Teilen Konservierungsmittel verdünnt.

Die auf diese Weise hergestellte Feststoffdispersion besitzt ausgezeichnete rheologische Eigenschaften. Wird ein Teil dieser Dispersion in 5 Teile der Russdispersion 8a eingerührt, so wird die Verteilbarkeit und die Flockungsbeständigkeit der Russdispersion deutlich verbessert. Aus diesem Grund eignet sich die Siliciumdioxiddispersion besonders zum Abschwächen von Pigmentdispersionen. Ausserdem kann sie zum Benetzen und Dispergieren von Feststoffen, insbesondere von Pigmenten, eingesetzt werden.

Vergleichsversuch 9b

Wird in Beispiel 9a das Oleylamin durch 40 Teile eines Adduktes von 10 Mol Äthylenoxid an 1 Mol Nonylphenol ersetzt, so wird eine hochviskose, stark thixotrope Paste erhalten, die die anwendungstechnischen Eigenschaften der Russdispersion 8a beim Zumischen verschlechtert.