

# Stabiler verteilt



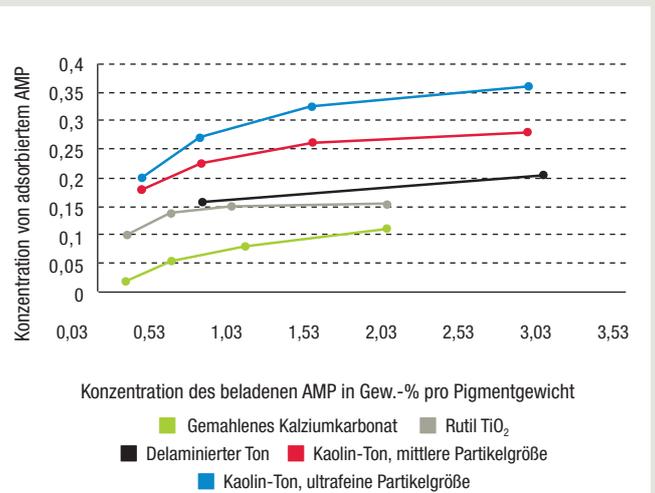
**AMINO-ALKOHOLE** // GEWÖHNLICH WERDEN ALKANOLAMINE, WIE 2-AMINO-2-METHYL-1-PROPANOL (AMP) UND 2-AMINO-2-ETHYL-1,3-PROPANDIOL (AEPD) HAUPTSÄCHLICH ALS STABILISATOREN IN LACKFORMULIERUNGEN VERWENDET. NICHT ALLE ALKANOLAMINE SIND GLEICHWERTIG, ABER AMP UND AEPD KÖNNEN DIE GRÖSSENVERTEILUNG DER PIGMENTPARTIKEL VERBESSERN UND SICH SYNERGISTISCHE EFFEKTE MIT ÜBLICHEN DISPERSIONSMITTELN ZUNUTZE MACHEN. EINE DERARTIG OPTIMIERTE FORMULIERUNG HAT DAS POTENZIAL, DIE KOSTEN FÜR ROHMATERIAL ZU REDUZIEREN UND GLEICHZEITIG DIE FARBSTÄRKE ZU VERBESSERN.

**Dr. Romain Severac, Yoann Fernandes, Angus Chemical Company**

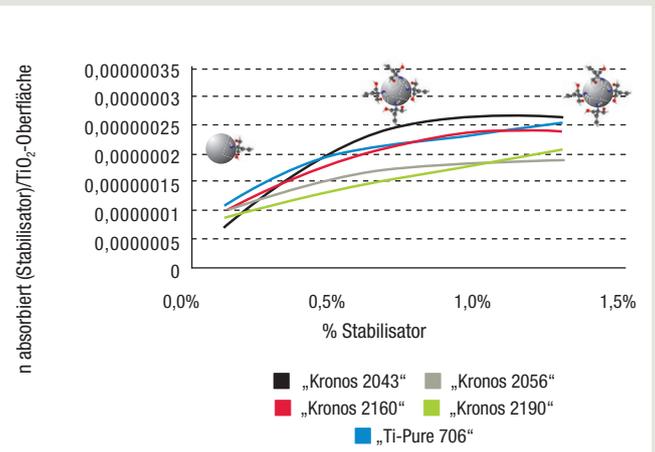
Einer der wichtigsten Schritte in der Farbherstellung ist die Dispersion von Pigmenten, die alle Leistungsaspekte der Beschichtung und des Trockenfilms drastisch beeinflusst. Die Auswahl einer regulären Dispersionsmittelmischung hängt gewöhnlich von der Zusammensetzung der Pigmentmischung ab [1]. Das liegt sowohl an der Vielfalt der Pigmente und ihrer chemischen Zusammensetzung als auch an der Entwicklung einer breiten Palette an Oberflächenbehandlungen [2]. Dank der Aminfunktion und der Alkoholgruppe können Alkanolamine sowohl Ionenbindungen als auch Wasserstoffbrücken mit der Pigmentoberfläche [3] bilden, was sowohl die Benetzbarkeit der Pigmentagglomerate als auch die Verringerung anziehender Kräfte zwischen den Partikeln fördert, was wiederum zu einer Aufteilung der Pigmentagglomerate führt. Zusätzlich interagieren AMP und AEPD mit üblichen anionischen Dispersionsmitteln wie Polyacryl-Tensiden oder Polyphosphaten. Verändert man die Art des Gegenions dieser Polymere, passt man dadurch Affinitäten mit der Pigmentoberfläche an. Die Kombination dieser spezifischen Synergien führt zu einer verbesserten Partikelgrößenverteilung der Pigmente.

**AMP-Adsorption in Verbindung mit Partikeloberfläche**

Wie in *Abb. 1* zu sehen, wurde das Adsorptionsverhältnis auf der Oberfläche mehrerer Pigmente gemessen. Das bei dieser Untersuchung verwendete Protokoll basiert auf der Herstellung von Slurries eines jeden einzelnen Pigments mit circa 60 Gew.-% Feststoffanteil mit einem Dispersionsmittel bei hohen Scherraten (20 min bei 1700 U/min) bei Vorhandensein mehrerer AMP-Konzentrationen. Nach diesem Dispergierschritt werden die Slurries zentrifugiert (min. 2h30 bei 4500 U/min) bis die dispergierten Pigmente vollständig abgesetzt sind und die nicht absorbierte Menge an AMP, frei im Filtrat vorhanden, durch eine direkte Titration mit starker Säure bestimmt wird. Alle Rohmaterialien wurden wie geliefert verwendet. Die Adsorption von AMP ist in allen Fällen (*Abb. 1*) von Bedeutung und



**Abb. 1 //** Adsorption von AMP an der Oberfläche mehrerer Pigmente.



**Abb. 2 //** Adsorptionsdurchschnitt von AMP und AEPD an der Oberfläche von mehreren TiO<sub>2</sub>-Partikeln.

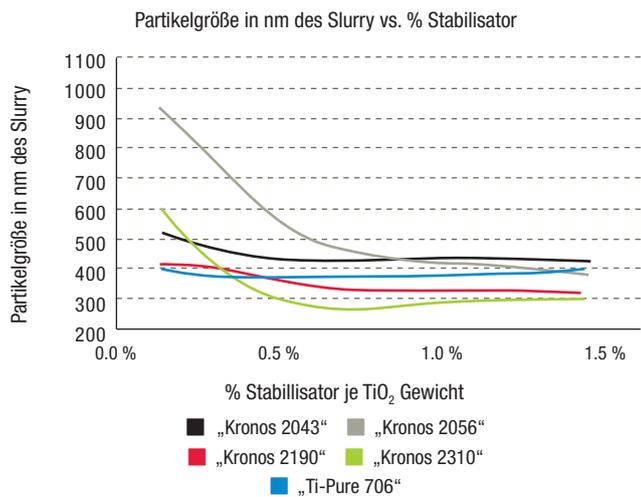
**Ergebnisse auf einen Blick**

- Alkanolamine, wie 2-Amino-2-methyl-1-propanol (AMP) und 2-Amino-2-Etyhl-1,3-Propanediol (AEPD), werden gewöhnlich als Stabilisatoren in wasserbasierten Farbrezepturen verwendet.
- Abhängig von der chemischen Struktur können die Verteilung der Agglomerate und die Partikelgröße durch Einsatz bestimmter Amino-Alkohole und deren Wechselwirkung mit Pigmenten und Dispersionsmitteln optimiert werden.
- Formulierer können Amino-Alkohole verwenden, um unerwünschte Nebenwirkungen zu minimieren, die insgesamt Pigmenteffizienz zu verbessern und Kosten möglicherweise zu reduzieren.
- Die Nassabriebbeständigkeit ist ein Beispiel, bei dem Amino-Alkohole und deren Synergie mit üblichen Dispersionsmitteln die Farbleistung verbessern können.

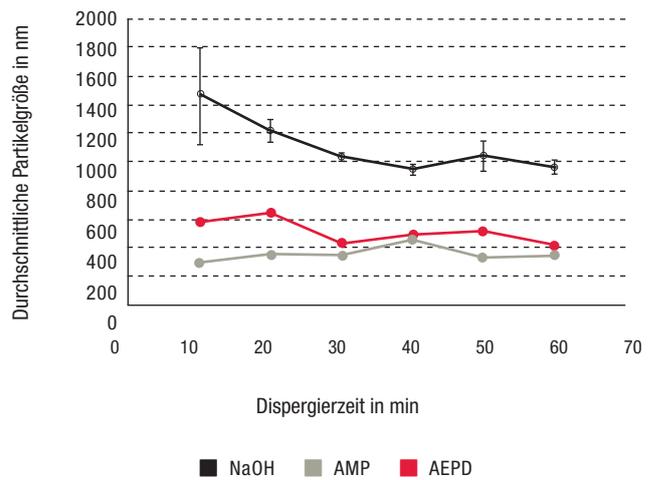
ein bedeutender Beleg für die starke Affinität, die dieses Phänomen antreibt. Die Adsorption erreicht ein Plateau, das der Sättigung der Oberfläche entspricht.

Die Anzahl adsorbierter Produkte scheint mit dem Partikeldurchmesser in Verbindung zu stehen. Bei gleicher Porosität haben kleinere Partikel einen höheren Oberflächenbereich, der eine höhere Konzentration an AMP adsorbieren kann.

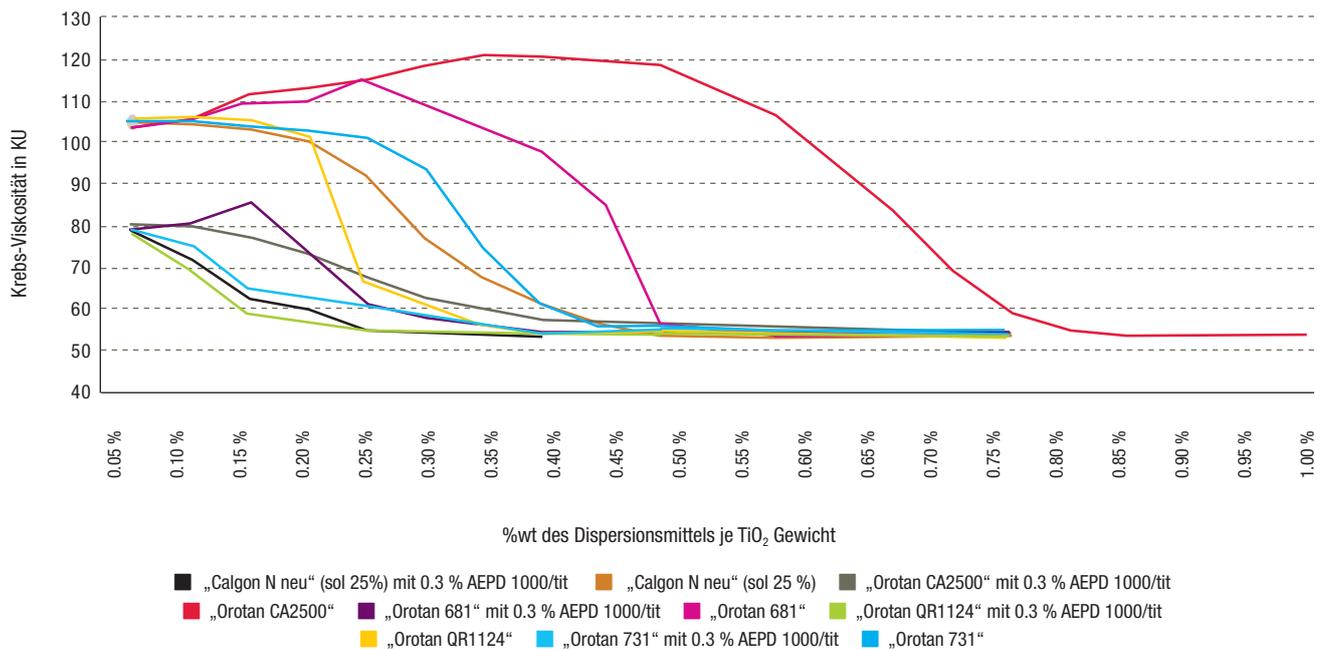
Bei Verwendung desselben Protokolls wurden fünf Titandioxid-Slurries mit einer breiten Palette an Oberflächenbehandlungen (0,1 % bis 10,3 % von SiO<sub>2</sub>, 2,1 % bis 4,0 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,0 % bis 0,5 % ZrO<sub>2</sub> und bis zu 0.25 % biologische Aufbereitung) hergestellt. Die Adsorption von Amino-Alkoholen wurde standardisiert, indem die molare Adsorption durch die TiO<sub>2</sub>-Oberflächenbereiche geteilt wurde. Die Vielseitigkeit der Adsorption wird bestätigt, da die Adsorption unabhängig von der TiO<sub>2</sub>-Behandlung erfolgt (*Abb. 2*). Die gezeigten Unterschiede zwischen den Ebenen des Sättigungsplateaus liegen dicht am Wert der Methodengenauigkeit und sind nicht von Bedeutung.



**Abb. 3 //** Entwicklung der Partikelgrößenmittel von TiO<sub>2</sub>-Slurries, die AMP und AEPD enthalten.



**Abb. 4 //** Entwicklung der Partikelgröße von TiO<sub>2</sub> „Kronos 2190“ Slurries als Funktion der Dispergierzeit mit Differenzneutralisatoren.



**Abb. 5 //** Dispergierbedarfskurven mit mehreren Dispersionsmitteln und TiO<sub>2</sub> D mit und ohne 0,3 Gew.-% AEPD.

**Verbesserung der TiO<sub>2</sub>-Dispersion für beste Lichtstreuungseffizienz**

Parallel wurde die Partikelgröße (PS) mithilfe eines Laserlichtstreuverfahrens bestimmt. Die Entwicklung der PS-Mittel als Funktion der AMP- und AEPD-Konzentrationen ist in Abb. 3 dargestellt. Die Korrelation zwischen der Konzentration beider Aminoalkohole und der Verbesserung der TiO<sub>2</sub>-Dispersion gilt für fast alle TiO<sub>2</sub>-Typen. Diese Korrelation ist bei TiO<sub>2</sub> „Kronos 2043“ oder TiO<sub>2</sub> „Ti-Pure 706“ nicht sichtbar, da selbst bei niedrigster Dosierung (0,25 Gew.-% Alkanol-

amine pro Pigmentgewicht) die Partikelgröße auf dem Plateau liegt. Weitere Untersuchungen werden bei niedrigeren Konzentrationen dieser Dispersionsmittel durchgeführt. In Abb. 2 entsprechen diese beiden Beispiele Pigmenten mit der höchsten Affinität mit AMP und AEPD (die adsorbierte Menge ist die höchste). Der Beleg für den grundlegenden Unterschied zwischen einem Neutralisator, wie Natriumhydroxid, und Stabilisatoren, wie AMP oder AEPD, ist in Abb. 4 zu sehen. Dieses Experiment zeigt, dass bei Entwicklung der TiO<sub>2</sub>-Partikelgröße, gezeigt als Dispergierfunktion (66 Gew.-% TiO<sub>2</sub>, 1,5 % Neutralisator, Scheibendurchmesser 4 cm, Do-

sendurchmesser 7 cm, Geschwindigkeit 1600 U/min), sowohl AMP als auch AEPD in der Lage sind, die  $\text{TiO}_2$ -Dispersion zu benetzen und zu unterstützen, was es möglich macht, die erwartete optimale Partikelgröße wiederzuerlangen, was zur besten Lichtstreuung führt. Am anderen Ende des Spektrums kann ein einfacher Neutralisator wie Natriumhydroxid auch nach langer Dispergierzeit diesen Prozess nicht wesentlich unterstützen.

#### AEPD verringert den Bedarf an Dispersionsmitteln

Neben der natürlichen Dispergiereigenschaft von AMP und AEPD wurde auch die Wechselwirkung mit branchenüblichen Dispersionsmitteln bewertet [4]. *Tab. 1* enthält eine ausgewählte Liste von Dispersionsmitteln, die Polyphosphat und entweder ein hydrophiles oder hydrophobes, neutralisiertes Copolymer von Maleinsäureanhydrid enthalten. Proben von Copolymeren wurden von hydrophil (Probe 1) nach hydrophob (Probe 5) klassifiziert. Dispersionsmittel wurden allein oder in Kombination mit AEPD in Dispersionsmittelbedarfskurven (Entwicklung von Krebs-Viskositäten mit Dispersionsmittelkonzentrationen) eingesetzt. Dieses übliche Verfahren besteht aus der Bestimmung der Mindestkonzentration des Dispersionsmittels, die erforderlich ist, um den optimalen Benetzungspunkt zu schaffen. Dieser Punkt entspricht der Konzentration, bei der die Viskosität nicht weiter abnimmt. *Abb. 5* fasst alle vergleichenden Beispiele zusammen. Außerdem ist der Einfluss von 0,3 Gew.-% AEPD dieser Dispersionsmittel von Bedeutung. Die systematische Verbesserung des Dispersionsmittels zeigt die Universalität und Vielseitigkeit von AEPD. Das bedeutet, dass die Verwendung von AEPD die Verringerung primärer Dispersionsmittel in wasserbasierten Formulierungen ermöglicht und dabei die Nachteile dieser hydrophilen anionischen Spezies minimiert [5, 6].

#### Niedrige Konzentrationen minimieren übliche Nebenwirkungen

Neben der Fähigkeit, die Gesamtkonzentration des Dispersionsmittels zu minimieren, um die Trockenfilmhydrophilie zu reduzieren, kann die starke Wechselwirkung zwischen AMP und AEPD mit einem Acryldispersionsmittel die intrinsischen Eigenschaften verbessern. Eine Reihe von seidenglänzenden Beschichtungen auf Wasserbasis mit leicht flüchtigen organischen Verbindungen wurden durch ein Design der Versuchsmethodik (4 Konzentrationen von  $\text{TiO}_2$  von 12 % bis 18 %; drei Neutralisatoren einschließlich AMP, AEPD und NaOH; und drei Konzentrationen von Polyacryl-Dispersionsmitteln) verteilt. Nassabriebbeständigkeitstests, basierend auf ISO 11998:2006, wurden unter rauen Bedingungen durchgeführt (1500 Zyklen, 4 Wochen Trockenschichttrocknung, 200  $\mu\text{m}$  auf einer Platte aufgebracht, 4 Testwiederholungen). *Abb. 6* zeigt die statistische Analyse in einer Box-Plot-Darstellung. Trotz der geringeren Konzentrationen dieser Additive im Bereich von 0,1 Gew.-% bis 0,3 Gew.-%, die beim Dispergierschritt geladen wurden, liefert dieses Experiment eine gute Abbildung des Ergebnisses der Wechselwirkung dieser Amino-Alkohole. Dieser Effekt könnte auch mit dem anfänglichen Adsorptionsmechanismus zusammenhängen, der in dieser Abhandlung beschrieben wird. Da Amino-Alkohole wie AMP oder AEPD sowohl auf der Pigment- als auch auf der Füllstoffoberfläche weitgehend adsorbiert und mit Dispersionsmitteln verknüpft sind, werden die verbleibenden freien Amino-Alkohole in der Bindemittelmatrix reduziert und die bekannte, übliche Wirkung von hochpolaren Verbindungen in einem trockenen Farbfilm minimiert. Dieser Effekt wird besonders deutlich, wenn man die aktuellen Neformulierungstrends für die Titandioxid-Optimierung betrachtet, die zu einer Erhöhung der Füllstoffkonzentration führen, was diesen Parameter negativ beeinflusst, wenn er nicht richtig eingestellt wird.

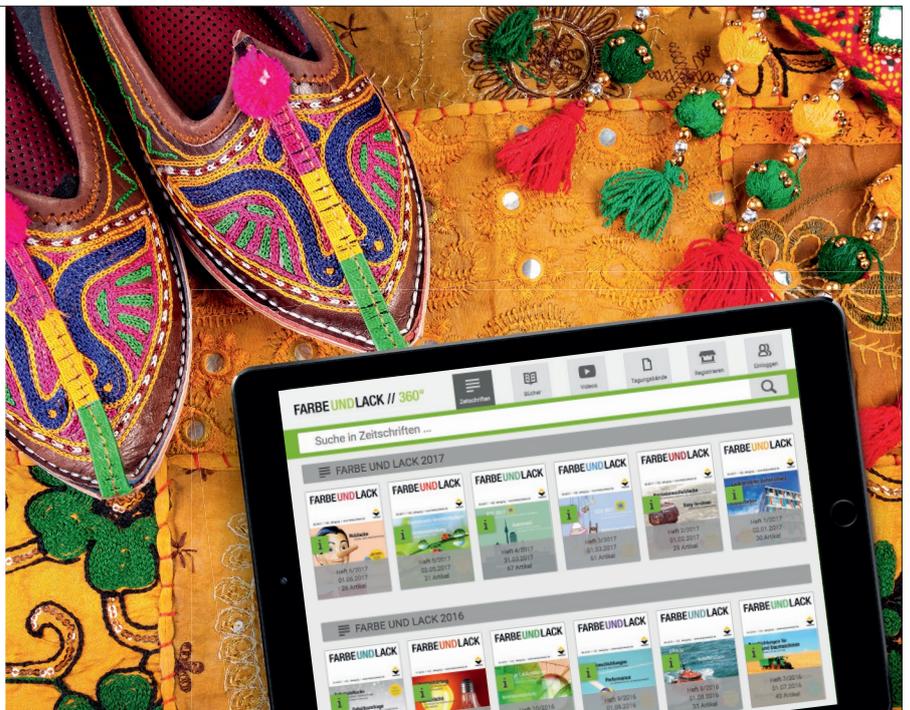
#### FARBEUNDLACK // EJOURNAL

## Immer und überall dabei!

ENTDECKEN SIE IHR FARBEUNDLACK EJOURNAL!

#### Der kostenfreie Extra-Service für alle Abonnenten:

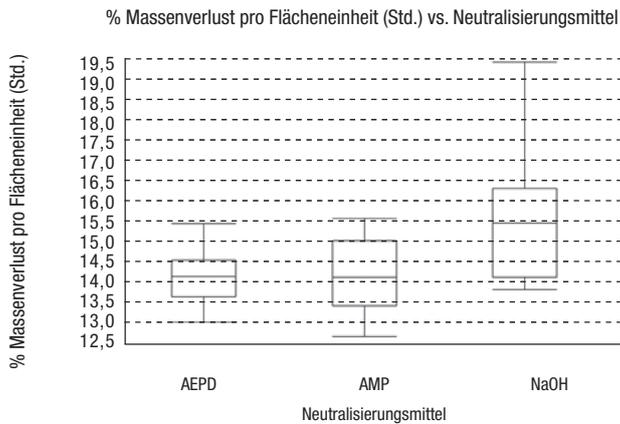
Lesen Sie Ihre **FARBEUNDLACK** wann und wo immer Sie wollen: Als Abonnent genießen Sie vollständigen Zugriff auf alle eJournal-Ausgaben der Zeitschrift – und können diese bequem online durchsuchen, Beiträge speichern oder herunterladen.



So funktioniert's: [www.farbeundlack.de/ejournal](http://www.farbeundlack.de/ejournal)

Vincenz Network // Postfach 6247 // 30062 Hannover // Deutschland // T +49 511 9910-025 // [info@farbeundlack.de](mailto:info@farbeundlack.de)





**Abb. 6 //** Prozentualer Anteil an entfernter Farbe nach 1500 Zyklen (ca. 45 Minuten) Nassabriebbeständigkeitstests (basierend auf ISO 11998:2006).

### Amino-Alkohole steigern die Pigmenteffizienz

Alkanolamine, wie 2-Amino-2-methyl-1-propanol (AMP) und 2-Amino-2-Ethyl-1,3-Propanediol (AEPD) werden gewöhnlich als wesentliche Stabilisatoren in wasserbasierten Farbformulierungen verwendet. Durch die starke Wechselwirkung zwischen spezifischen Aminoalkoholen und sowohl Pigmenten als auch Dispersionsmitteln kann der Agglomeratgehalt und die Gesamtpartikelgrößenverteilung der Pigmente in Lackformulierungen verbessert werden. Nicht alle Alkanolamine sind gleichwertig und diese Effekte hängen extrem von der chemischen Struktur des Produktes ab. Neben der natürlichen Dispergierfähigkeit dieser Moleküle wurden synergistische Effekte mit herkömmlichen Dispergiemitteln wie Polyphosphaten und neutralisierten Copolymeren von Maleinsäureanhydrid erkannt. Die Vielseitigkeit von 2-Amino-2-methyl-1-Propanol und 2-Amino-2-ethyl-1,3-Propanediol kann genutzt werden, um durch die Optimierung von Farbformulierungen die Anzahl und den Gehalt einiger gängiger Farbadditive zu reduzieren und damit die Rohstoffkosten zu senken und gleichzeitig die Farbleistung zu verbessern. Formulierer sind in der Lage, die potenziell verstärkende Wirkung von Amino-Alkoholen freizusetzen, um die unerwünschten „Nebenwirkungen“ gewöhnlicher Additive deutlich zu minimieren und die Gesamtpigmenteffizienz zu verbessern. Insbesondere die Verbesserung der Nassabriebbeständigkeit kann durch vorhandene Amino-Alkohole und durch synergistische Effekte mit gängigen Dispersionsmitteln verbessert werden.

### Danksagung

Die Autoren danken Kronos und Chemours für die Bereitstellung von Materialien und wertvollem Feedback während dieser Untersuchung. Darüber hinaus danken wir Farah Shaik Dawood und Marianne Riffault, die während ihrer Praktika bei Angus Chemical Company Laborarbeiten durchgeführt haben.

### Literatur

[1] Tiarks F., Frechen T., Kirsch S., Leuninger J., Melan M., Pfau A., Richter F., Schuler B., Zhao C.-L., Formulation effects on the distribution of pigment particles in paints, Progress in

### DR. ROMAIN SEVERAC

erwarb seinen Master-Abschluss in Chemie an der ENSCM der Montpellier Chemical University, bevor er sein Doktoratsstudium am gleichen Institut für radikalische Polymerisation von halogenierten Monomeren begann. Er begann seine Karriere bei DuPont in der Forschung und Entwicklung und war technischer Leiter für das Fluor-Telomer Geschäft. Bei der Angus Chemical Company ist Severac als technischer Leiter für Aminoalkohole als Additive in Lacken und Beschichtungen für Europa, dem Nahen Osten und Afrika verantwortlich. Darüber hinaus ist er als technischer Koordinator für das Global Paints Application Development Program in den sechs globalen Anwendungslaboren verantwortlich.

### YOANN FERNANDES

arbeitet seit 2016 als Lacktechniker im anwendungstechnischen Labor der Angus Chemical Company in Argenteuil



bei Paris. Davor arbeitete er als Labortechniker in der Entwicklungsabteilung bei Cromology. Er war verantwortlich für eine Reihe von Schlüsselprojekten, einschließlich der technischen Entwicklung und der kommerziellen Einführung eines neuen umweltfreundlichen Beschichtungssystems. Fernandes besitzt einen Bachelor-Abschluss in Naturwissenschaften vom Lycée Joliot Curie in Nanterre und ein Diplom in Chemie (DUT) vom Orsay Institut für Technologie (Université Paris-Sud).

Organic Coatings 48 (2003) S. 140–152

[2] Winkler J., Dispersing Pigments and Fillers, (Hannover: Vincentz Network, 2012), S. 35.

[3] Müller B., Poth U., Coatings Formulation, 2. überarbeitete Ausgabe (Hannover: Vincentz Network, 2011), S. 172.

[4] Clayton J., Pigment/Dispersant Interactions in Water-based coatings, Surface Coatings International 9 (1997) S. 414-420

[5] Verkholantsev V. V., Multifunctional aids, European Coatings Journal, 5 (2000) S. 42–50

[6] Muth M., Freytag A., Conrad M., Maintaining protection: how dispersants affect corrosion resistance of waterborne paints, European Coatings Journal, 1 (2016) S. 30-33

Mehr zum Thema!



364 Ergebnisse für Additive!  
Jetzt testen: [www.farbeundlack.de/360](http://www.farbeundlack.de/360)



**DR. ROMAIN  
SEVERAC**  
Angus Chemical Company

## „Nebenwirkungen minimieren“

**INTERVIEW // VIELSEITIGKEIT VON AMP UND AEPD  
ERMÖGLICHT VERRINGERUNG ÜBLICHER  
PRIMÄRER DISPERSIONSMITTEL.**

### **Was die Kostenreduzierung betrifft: Wie schätzen Sie die Standardformulierung für eine hochwertige Innenfarbe ein?**

Wir haben bei einer Reihe von Formulierungen gesehen, wie die funktionelle Vielseitigkeit unserer Amino-Alkohole dazu beitragen kann, dass Formulierer sowohl die Anzahl als auch die Menge der gebräuchlichen Farbadditive reduzieren können. Wie in dieser Untersuchung gezeigt, können beispielsweise die hochwirksamen Co-Dispersionseigenschaften von AMP oder AEPD die Reduktion von primären Dispersionsmitteln in der Mahlphase ermöglichen. Gleichzeitig birgt das Deck- und Glanzverhalten von AMP und AEPD auch ein Potenzial, den Einsatz von Pigmenten und Bindemitteln zu reduzieren. Die Einzigartigkeit unserer Amino-Alkohole kann die langfristige Stabilisierung des Beschichtungssystems verbessern, die in erster Linie auf der pH-Pufferwirkung in Kombination mit der Verbesserung der üblichen Dispersionsmittel (z.B. Polyacrylate) beruht, was wiederum die Robustheit, die Reproduzierbarkeit und die Haltbarkeit des formulierten Produkts verbessert. Darüber hinaus zeigen zahlreiche Studien einen potenziellen Synergieeffekt zwischen AMP und AEPD und bestimmten zugelassenen Bioziden in vielen Formulierungstypen über mehrere Anwendungen hinweg. Dieser synergistische Effekt kann zu einer verbesserten Synäreskontrolle und einer verbesserten Stabilität in der Dose führen und den Formulierern helfen, den Einsatz von zugelassenen Bioziden je nach Formulierung zu optimieren.

### **Welche Nebenwirkungen werden durch den Einsatz von AMP und AEPD am besten minimiert?**

Da die Vielseitigkeit von AMP und AEPD eine signifikante Verringerung der üblichen primären Dispersionsmittel ermöglichen kann, können Formulierer auch einige negative Nebenwirkungen dieser Additive, wie z.B. hinsichtlich Wasserbeständigkeit oder Nassabriebbeständigkeit, minimieren. Bei der Reduzierung der Polyphosphatkonzentrationen hilft die Optimierung dieser Netzmittel, das rheologische Gesamtprofil der Formulierung zu verbessern. Es ist auch wichtig zu betonen, dass, wie bei allen Dispersionsmitteln, die optimale Leistung durch das richtige Verhältnis beim Einsatz verschiedener Dispersionsmittel erreicht werden kann.

// Kontakt: scjohnson@angus.com  
Das Interview führte Kirsten Wrede.

**FARBEUNDLACK // LIVE**

**Kostenfrei  
einloggen**

## Automobillacke

[WWW.FARBEUNDLACK.DE/LIVE](http://WWW.FARBEUNDLACK.DE/LIVE)



**12. Dezember 2018 // 11.00 Uhr**

### Der Webcast zum Heft

- ✓ Profitieren Sie von detaillierten Zusatzinformationen zu dem aktuellen Leitartikel in Ihrer FARBE UND LACK.
- ✓ Jeden Monat neu, referiert und vertieft der Autor das Fokusthema der aktuellen Ausgabe. Live.

Einfach registrieren, zuhören und sich austauschen.

Ihr Kontakt:  
Vincentz Network // Moritz Schürmeyer  
Plathnerstr. 4c // 30175 Hannover  
Tel: +49 511 9910-278  
moritz.schuermeyer@vincentz.net

