

### KOLATES

Les complexes de graisses d'aluminium sont connus pour leurs avantages particuliers pour la résistance à l'eau, leur bonne pompabilité, leur point de goutte élevé, et leur faculté de restructuration après des excursions au-delà de leur point de fusion.

Ce bulletin technique est une introduction à la préparation de ces graisses utilisant des kolates comme sources d'aluminium, les autres matières brutes utilisées, les paramètres de formulation et l'équipement nécessaire.

#### MATIÈRES NÉCESSAIRES POUR PRÉPARER LE COMPLEXE DE GRAISSE D'ALUMINIUM

Voici les quatre composants nécessaires :

##### ALUMINIUM

##### ACIDE BENZOÏQUE

##### ACIDE GRAS

##### HUILE

##### ALUMINIUM

L'aluminium peut être fourni avec le choix de Kolate. Il y a trois Kolate disponibles. Deux sont sous la forme de trimère cyclique standard, tri-oxo aluminium tri-isopropoxyde, mais dans des huiles porteuses différentes. Le troisième est le résultat de la réaction de l'anneau avec des acides pour éliminer l'isopropanol potentiel durant la réaction de saponification.

Tous les trois sont sous forme liquide facile à manier et peuvent être utilisés pour préparer des graisses industrielles. Deux d'entre eux peuvent également être utilisés pour préparer des graisses H1 pour machines alimentaires. L'un d'entre eux présente l'avantage de ne pas libérer d'alcool pendant l'étape de fabrication de la graisse.

**KOLATE 7013** : C'est le produit standard. Son contenu en aluminium s'élève à 12,7%. C'est une solution d'alcoxyde actif d'aluminium dans une base naphénique fortement hydrotraitée. Le produit a la couleur et la consistance du miel.

**KOLATE 7013 LV** : C'est la même molécule active, également en solution à 50% mais dans une huile à faible viscosité. Son contenu en aluminium est aussi de 12,7%. En apparence c'est une solution transparente et mobile, presque incolore, et du fait que l'huile porteuse est en conformité avec la définition d'huile blanche (CAS 8042-47-5) établie par la FDA et qui se trouve dans la 21 CFR 178-3620, ce Kolate peut être utilisé pour préparer les graisses H1 pour machines alimentaires.

**KOLATE 6030** :Ce Kolate comporte 0,3 mole d'acide benzoïque et 0,6 mole d'acide gras par mole d'aluminium. Cette combinaison donne plus de latitude dans la formulation du savon parce que la proportion d'acide gras nécessaire pour la formulation peut être choisie par le chimiste expert en graisse. Il est alors à même d'incorporer certaines des caractéristiques spéciales provenant d'autres acides gras. Le contenu en aluminium est de 5,3% et l'huile est la même huile blanche à faible viscosité. De ce fait le produit peut être aussi utilisé pour préparer des graisses pour applications alimentaires catégorie H1.

#### SPÉCIFICATIONS DES KOLATES

	CONTENU EN ALUMINIUM EN %	VISCOSITÉ EN CPS	POINT D'ÉCLAIR MINIMUM (PMCC) EN °C (°F)	POINT D'ÉCLAIR TYPE (PMCC) EN °C (°F)
Kolate 7013	12,7 ± 0,1	12 500 max	61 (142)	74 (166)
Kolate LV	12,7 ± 0,1	80 max	61 (142)	79 (174)
Kolate 6030	5,3 ± 0,1	1 400 max	61 (142)	92 (197)

#### CARACTÉRISTIQUES DES HUILES PORTEUSES

	HUILE POUR KOLATE DE TYPE	
	7013	7013 LV, 6030
Viscosité à 40°C (100°F) SSU cSt	107	35
	20	2,37
Point d'éclair COC en °C (°F)	168 (335)	105 (220)
Point d'aniline en °C (°F)	72 (162)	84 (183)
Point initial de distillation en °C (°F)	260+ (500+)	240 (464)
Numéro CAS	64742-52-5	8042-47-5

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

## **ACIDE BENZOÏQUE**

Il peut être de n'importe quelle catégorie mais la forme en paillettes est la plus facile à manipuler et génère le moins de poussière.

## **ACIDE GRAS**

La composante acide gras est dérivée de sources naturelles. Bien que communément répertoriés comme stéariques, les acides gras normalement utilisés sont un mélange de différentes longueurs de chaînes incluant C-18. Les graisses sont régulièrement préparées à partir d'acides C-12 jusqu'à C20/22, ainsi que l'acide stéarique 12-OH, mais les plus largement utilisés de loin sont les différents mélanges stéarique/palmitique obtenus à partir de suif animal. Des longueurs de chaîne plus faibles peuvent être obtenues de sources végétales, et des longueurs plus élevées à partir d'acides de poissons.

Les caractéristiques importantes sont le numéro d'acide, d'où l'on peut déduire le poids de mélange, et l'indice d'iode (I.V.) qui mesure l'insaturation. À la fois la longueur de chaîne et l'indice d'iode ont des influences importantes sur la performance de la graisse. En général les meilleurs résultats sont obtenus avec des acides C-16/C-18. Un faible indice d'iode est souhaitable, mais des graisses acceptables peuvent être préparées avec des valeurs plus élevées et bien que des graisses en fait plus souples soient obtenues, la stabilité en est souvent améliorée.

## **HUILE**

Un grand choix d'huiles peut être utilisé pour préparer le complexe de graisse à l'aluminium, non seulement des huiles strictement minérales mais aussi des esters synthétiques et des huiles de graines comme navette ou soja. Le plus souvent l'huile de base est un mélange de plusieurs huiles minérales ou des mélanges entre huiles minérales et synthétiques.

Les deux facteurs à surveiller sont la viscosité et le point d'aniline. Les viscosités peuvent varier de moins de 100 SUS à des bases de très haute viscosité. En général les huiles à viscosité élevée nécessitent plus de savon pour une pénétration donnée qu'avec les huiles à viscosité faible. Les points d'aniline sont critiques de façon à préparer les rations appropriés de moles des constituants de saponification. La plupart des graisses contiennent un mélange de plusieurs sortes de bases lubrifiantes en fonction des caractéristiques voulues, et elles peuvent varier largement quant au point d'aniline.

Il est en général plus souhaitable de fabriquer la graisse dans le mélange final des huiles, mais parfois ce n'est pas possible. Dans ces circonstances le savon doit être fait dans la composante d'huile ayant la viscosité et le point d'aniline les plus bas, et le reste de l'huile est ajouté quand le lot a refroidi au dessous de 125°C. L'ajout d'huiles dans le lot qui est resté chaud peut briser le savon et donner un rendement plus faible que prévu. C'est particulièrement vrai quand c'est une base lubrifiante à forte viscosité qui est ajoutée.

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

Quand le point d'aniline est plus élevé que 99°C, il y a une meilleure productivité si le ratio des moles acide benzoïque/acide gras est inférieur à 1. Plus le point d'aniline est élevé moins ce ratio doit être élevé pour obtenir un rendement optimum. La relation entre ce point d'aniline, le ratio des types d'acides et le rendement est illustré ci-dessous.

HUILE 3

HUILE 2

HUILE 3

### PÉNÉTRATION

Le point d'aniline est de 116°C pour l'huile 1, de 102°C pour l'huile 2 et de 71°C pour l'huile 3. Leurs viscosités sont entre 500 et 600 SUS à 38°C et le contenu de savon de ces trois graisses tracées est de 7,5%. Dans tous ces cas le ratio de moles entre le total des acides et l'aluminium des de 2:1.

Un raffinement supplémentaire dans le développement de la formule implique l'ajustement du ration entre le nombre total de moles d'acide et de moles d'aluminium pour augmenter la stabilité opérationnelle. Il faut se souvenir que ces déclarations sont faites au sens le plus large fais il faut toujours prendre soin d'explorer l'effet de tels ajustements avec chaque huile qui sera utilisée. Dans la plupart des cas un compromis sera à trouver pour présenter les meilleures caractéristiques globales. Les huiles de base synthétiques, comme les poly(alpha-oléfine) et les diester, esters dimère et polyol, sont facilement épaissies avec les systèmes d'épaississeurs à complexe d'aluminium. Nets ou en mélanges avec des huiles de base minérales, les graisses fabriquées à partir de ces fluides fournissent un stade additionnel de flexibilité opératoire. Dans certains cas un contenu plus élevé en savon est nécessaire mais il dépend des besoins finaux.

Des graisses efficaces peuvent être préparées en utilisant des huiles de navette ou de tournesol, en général combinées avec 10 à 15% d'huile de navette moyennement soufflée. La présence d'huile soufflée permet un système de saponification plus efficace et donc de meilleurs rendements. Elles peuvent être mélangées également avec des esters synthétiques de la même façon pour donner une grande versatilité de formulation.

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

## LA RÉACTION DU KOLATE

Le Kolate standard est un anneau à six parties consistant en une alternance d'atomes d'aluminium et d'oxygène. Une mole d'isopropanol est attachée à chaque atome d'aluminium. En théorie dans la première étape de la réaction l'acide gras remplace chaque alcool sur l'anneau pour former un monostéarate cyclisé d'aluminium. Cela se produit à environ 38°C. Quand la température monte, la seconde étape commence dans laquelle l'acide benzoïque casse l'anneau en trois molécules séparées de savon, le benzoyle d'aluminium, hydroxyde stéaryle. Cette réaction doit se produire à la pression atmosphérique de façon à minimiser la formation d'ester. Avec le Kolate 6030, il y a déjà assez du besoin acide en place pour éliminer le dégagement d'alcool et il n'est nécessaire que d'introduire la balance des acides demandée pour la formulation spécifique. La réaction générale est montrée ci-dessous :

ACIDE GRAS

PREMIÈRE ÉTAPE

ACIDE BENZOÏQUE

DEUXIÈME ÉTAPE

SAVON BENZOÏLE D'ALUMINIUM  
HYDROXYDE STÉARYLE

### FORMULATION TYPE

Comme il est montré sur les graphiques, les savons les plus efficaces sont produits avec des ratios entre acides benzoïques et acides gras de moins de un. En prenant comme paramètres de départ ce qui suit :

Une base de solvant neutre de 650 SUS, avec un point d'aniline de 99°C, 5,5% de savon, un ratio de moles d'acides benzoïques/acides gras de 0,75, et un ratio de moles du total des acides/aluminium de 1,9 une formulation type peut être du genre :

5,25%	acide gras (F.W. = 272)
1,77%	acide benzoïque
0,48%	aluminium à 100%
92,50%	huile de base
<hr/>	
100,00%	

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

Notez que seul l'aluminium à 100% est compté comme proportion du savon, pas le Kolate. Dans le cas précédent comme le Kolate LV comporte 12,7% d'aluminium, il faudra 3,78% du mélange en Kolate et la formule de savon dépassera 100%. Pour des applications pratiques dans les usines de fabrication de graisses la formulation complète sera réajustée à 100%.

Il y a une certaine latitude pour ces ratios, et pour une combinaison particulière d'acides le ratio le plus efficace peut nécessiter quelques ajustements. Le composant acide gras peut être constitué de plusieurs acides différents, chacun contribuant selon ses caractéristiques spécifiques. Dans ces cas là les moles de chaque acide utilisé seront une portion du total des moles d'acide gras nécessaires. Pour déterminer le poids réel à utiliser, il est d'abord nécessaire de décider de la taille du lot, et de là le montant du savon. En utilisant l'aluminium comme constituant primaire, un lot de graisse de 680 livres avec un contenu de savon de 7,5% nécessitera 51 livres de savon. Pour chaque atome d'aluminium un total de 1,9 mole d'acides sera nécessaire, mais dans la proportion de 0,75 mole d'acide benzoïque pour 1 mole d'acide gras. Dans cet exemple nous supposons un acide gras avec un numéro d'acide de 206, donnant un poids de combinaison de 272. En utilisant les poids moléculaires et en combinant les poids des composants, la relation entre les poids unitaires peut être facilement déterminée.

aluminium .....	27
acide gras.....(1,9:1,75) x 1 x 272.....	295,3
acide benzoïque .....(1,9:1,75) x 0,75 x 122.....	99,3
	421,6

Ce sont là des poids unitaires indiquant les relations correctes entre ces trois constituants. Le total de 421,6 unités en livres est plus important que ce qui était voulu pour le lot dans l'exemple, mais il suffira de multiplier le poids de chaque constituant par le rapport  $(112,5:421,6) = 0,2668$ .

Cela donne alors les poids exacts de chaque constituant du mélange. Dans cet exemple les unités sont considérées en livres, mais ces nombres peuvent être convertis en pourcents du mélange total ou du savon seul.

En restant en livres, la formule nécessitera :

- 7,2 livres d'aluminium à 100% soit 56,7 livres de Kolate 7013 ou LV
- 78,8 livres d'acide gras
- 26,5 livres d'acide benzoïque

112,5 livres au total de savon

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

## **PROCÉDURE**

Ajouter les acides dans la marmite contenant au moins 80% du total de l'huile à utiliser et monter la température de la solution entre 90 et 95°C. Tous les acides doivent être dissous et la solution doit être transparente. Si la température montait trop haut l'acide benzoïque commencerait à se sublimer. Cela se détecterait vite par l'odeur très irritante des vapeurs d'acide benzoïque.

On ajoute à ce stade le Kolate préchauffé à la température du local. Si le Kolate était trop froid, il provoquerait un refroidissement localisé momentané. Cela pourrait amener une partie de l'acide benzoïque à sortir de la solution sous forme de di-benzoate d'aluminium, une forme de savon insoluble qui donne l'apparence du tapioca. Il ne peut pas être évacué par broyage.

Après que le Kolate ait été introduit, la température peut monter jusqu'à 195-200°C, où elle est maintenue brièvement. Dans les essais en laboratoire cinq minutes suffisent. Pour les lots de productions trente minutes conviennent. C'est simplement pour assurer la complète dispersion du savon.

La meilleure façon de refroidir est de pomper le mélange dans un récipient de refroidissement chemisé. Si cela n'est pas possible, il faut faire très attention en ajoutant de l'huile pour éviter de briser la structure. C'est particulièrement vrai si l'huile de coupage est de forte viscosité. Quand la température revient à 125°C, il est habituellement sûr de mettre la portion d'additif et la balance d'huile nécessaires.

Il y a deux points à prendre en considération dans la fabrication de la graisse.

a.) Il est important que la température de la solution soit précisément connue quand le Kolate est ajouté, car si elle est bien au dessus de 95°C l'acide benzoïque aura commencé à se sublimer hors de l'huile. Si le processus dure il s'en perdra assez pour avoir des effets néfastes sur la graisse produite. Pour cette raison il faut prendre soin de surveiller non seulement la température du contenu de la marmite, mais aussi de celle de ses parois, en particulier si le chauffage se fait par de l'huile chaude. Si le chauffage a été trop rapide, la température des parois peut largement dépasser celle du centre du contenu. Les pertes d'acide benzoïque arriveront si l'agitation est assez forte pour projeter le contenu contre les cloisons trop chaudes, même si ce contenu est encore au-dessous de la température de sublimation de l'acide.

b.) Quand le Kolate vient d'être ajouté, si le chauffage est arrêté, il est possible de laisser le lot à ce stade durant la nuit, la fin de semaine ou plus. La consistance de gel mou ne va pas s'établir. Quand le chauffage et le brassage reprennent, le processus peut se poursuivre sans effets néfastes. Cela peut laisser un peu de flexibilité dans la planification de production.

## **FINITION**

L'équipement de mélange est à base de rotor et stator classique ou d'homogénéisateur. Dans certaines usines le mélange est réalisé en faisant recirculer dans le récipient de cuisson. Dans d'autres le mélange est effectué dans la marmite de cuisson. Une vanne partiellement fermée ou pincée dans la conduite de transfert peut aussi aider à disperser le savon et forcer la fluidité. Avec certaines graisses un léger mélange juste avant l'emballage est suffisant, mais tout dépend de la formulation et de l'huile utilisée. Il est évident que vue la grande latitude pour le choix des huiles de base et des acides gras il y a une plage aussi large de paramètres possibles pour le processus.

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

### UTILISATION DU KOLATE 6030

Quand on utilise du Kolate 6030 les étapes du processus sont exactement les mêmes. Le montant requis d'aluminium est ajouté au même stade, tout comme avec le Kolate 7013. Cependant un ajustement doit être apporté dans le montant des acides à ajouter parce qu'il y en a déjà dans le Kolate 6030. Il peut être utile à ce point d'illustrer les différences dans la formule donnée précédemment pour le Kolate 7013 en utilisant à la place du Kolate 6030 comme source d'aluminium. Le même acide gras est utilisé dans le 6030 que dans l'exemple du 7013.

KOLATE 7013		KOLATE 6030
5,25%	ACIDE GRAS	2,32% + 2,93% venant du 6030
1,77%	ACIDE BENZOÏQUE	1,12% + 0,65% venant du 6030
0,48%	ALUMINIUM	0,48%
<hr/>		<hr/>
7,5%		7,5%
92,50%	HUILE	92,5%
<hr/>		<hr/>
100,00%		100,00%

0,48% d'aluminium nécessite 3,78 de Kolate 7013 et ajoute 1,98 d'huile

0,48% d'aluminium nécessite 9,06 de Kolate 6030 et ajoute 4,7 d'huile

Total du lot = 100%

Total du lot = 100%

Le petit montant d'huile supplémentaire inclus avec le Kolate 7013 est en général négligé et n'apparaît pas dans la formulation de ce Kolate. Avec le Kolate 6030 par contre le montant de l'huile apportée est suffisant pour rendre un ajustement désirable.

### ADDITIFS

Il y a une grande variété d'additifs parmi lesquels choisir. La plupart fournissent la réponse requise. Généralement il y a besoin d'inhibiteurs d'oxydation et de corrosion de 0,5 à 2%, tandis que des composants anti-usure et extrême pression peuvent être utilisés à des niveaux quelque peu plus élevés suivant la formulation, l'huile de base et l'application. Beaucoup d'utilisations finales rendront désirable l'addition de polymère. Là encore il y a un vaste choix. Celui qui offre la meilleure réponse avec un complexe d'aluminium est le latex naturel au niveau de 0,5%. Non seulement la fluidité est accrue mais dans la plupart des cas le point de goutte n'est pas affecté.

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.

### **GRAISSES POUR MACHINES ALIMENTAIRES**

Un des avantages majeur des graisses à complexe d'aluminium est l'acceptation du savon pour les graisses devant être utilisées sur des machines de l'industrie alimentaire. Ces compositions peuvent éventuellement entrer en contact accidentel avec les aliments et nécessitent la classification H1 de la part du département américain de l'agriculture. L'huile de base doit également être en conformité avec le CAS N° 8042-47-5 qui couvre l'huile blanche technique. Pour des informations plus spécifiques et des formulations types, reportez-vous au bulletin technique sur les complexes d'aluminium pour les graisses de machines alimentaires.

### **GRAISSES BIODÉGRADABLES**

Les graisses à complexe d'aluminium peuvent être formulées avec des huiles de graines et des esters synthétiques, comme cela a été mentionné plus haut. En utilisant des additifs choisis, ces compositions ont de bonnes caractéristiques anti-usure et pression extrême, ainsi qu'une stabilité thermique satisfaisante et une bonne résistance à la corrosion. Des formulations types ont été essayées dans un test CEC, le test EPA (Gledhill) et le test Strum modifié. Les résultats ont été considérés comme acceptables pour ces trois tests, montrant des niveaux élevés de dégradation ce qui rend leur utilisation très désirable dans les applications où une contamination du sol ne peut pas être évitée. Cela inclus la lubrification de rails pour à la fois les lubrificateurs embarqués ou sur site, les mines, le transport routier, l'agriculture et des opérations diverses en mer.

Plus d'informations et de l'aide pour des formulations spécifiques et leurs résultats sont disponibles sur demande.

### **MANUTENTION ET STOCKAGE DES KOLATES**

Les kolates, comme les alcoolates et les acylates réactifs d'aluminium, réagissent rapidement et de façon irréversible à l'humidité atmosphérique pour former des produits d'hydrolyse partielle avec une perte importante de leur réactivité chimique escomptée. Les quantités en fûts doivent être stockées en environnement sec, loin de toute possibilité d'accumulation d'eau sur les couvercles. Les quantités pour laboratoire doivent être gardées hermétiquement scellées pour éviter toute perte de réactivité.

Une hydrolyse partielle est mise en évidence par une peau qui se forme rapidement à l'exposition à l'humidité de l'air. Cela se développe ensuite par une croûte sèche qui peut couler vers le fond du récipient. Si possible ce matériau doit être mis à l'écart et non utilisé. Seul le matériau transparent peut être supposé ayant gardé tout son pouvoir actif. L'hydrolyse du Kolate 7013 et du Kolate 7013 LV produit de l'isopropanol. Il faut mettre en place les mesures de protection appropriées. Le personnel doit porter des gants et des protections oculaires, et leur lieu de travail doit être convenablement ventilé. Reportez-vous à la dernière fiche technique de sécurité (MSDS) pour plus d'informations sur la manutention et le stockage.

Les faits et recommandations donnés ici sont basés sur notre recherche et celle d'autres sources, et bien que nous les considérons comme exacts, ils ne sont prévus que pour être utilisés par des personnes ayant les connaissances voulues et à leurs propres risques. Nous n'assumons aucune responsabilité pour les événements résultants ou les dommages consécutifs à l'utilisation de ces informations. Les déclarations concernant l'utilisation possible de nos produits ne pas à considérer comme des recommandations à les utiliser ne contournement d'un quelconque brevet.